SERIE GENERALE

Spediz. abb. post. - art. 1, comma 1
Legge 27-02-2004, n. 46 - Filiale di Roma

Anno 156° - Numero 128

GAZZETTA UFFICIALE

DELLA REPUBBLICA ITALIANA

PARTE PRIMA **Roma - Venerdì, 5 giugno 2015** SI PUBBLICA TUTTI I GIORNI NON FESTIVI

DIREZIONE E REDAZIONE PRESSO IL MINISTERO DELLA GIUSTIZIA - UFFICIO PUBBLICAZIONE LEGGI E DECRETI - VIA ARENULA, 70 - 00186 ROMA
AMMINISTRAZIONE PRESSO L'ISTITUTO POLIGRAFICO E ZECCA DELLO STATO - VIA SALARIA, 1027 - 00138 ROMA - CENTRALINO 06-85081 - LIBRERIA DELLO STATO PIAZZA G. VERDI, 1 - 00198 ROMA

La **Gazzetta Ufficiale, Parte Prima,** *oltre alla* **Serie Generale**, *pubblica cinque Serie speciali, ciascuna contraddistinta da autonoma numerazione:*

1ª Serie speciale: *Corte costituzionale (pubblicata il mercoledì)*
2ª Serie speciale: *Comunità europee (pubblicata il lunedì e il giovedì)*
3ª Serie speciale: *Regioni (pubblicata il sabato)*
4ª Serie speciale: *Concorsi ed esami (pubblicata il martedì e il venerdì)*
5ª Serie speciale: *Contratti pubblici (pubblicata il lunedì, il mercoledì e il venerdì)*

La **Gazzetta Ufficiale, Parte Seconda,** "Foglio delle inserzioni", *è pubblicata il martedì, il giovedì e il sabato*

AVVISO ALLE AMMINISTRAZIONI

Al fine di ottimizzare la procedura di pubblicazione degli atti in *Gazzetta Ufficiale,* le Amministrazioni sono pregate di inviare, contemporaneamente e parallelamente alla trasmissione su carta, come da norma, anche copia telematica dei medesimi (in formato word) al seguente indirizzo di posta elettronica certificata: gazzettaufficiale@giustiziacert.it, curando che, nella nota cartacea di trasmissione, siano chiaramente riportati gli estremi dell'invio telematico (mittente, oggetto e data).

Nel caso non si disponga ancora di PEC, e fino all'adozione della stessa, sarà possibile trasmettere gli atti a: gazzettaufficiale@giustizia.it

SOMMARIO

DECRETI E DELIBERE DI ALTRE AUTORITÀ

Agenzia italiana del farmaco

Comitato interministeriale per la programmazione economica

Segretariato generale della giustizia amministrativa

ESTRATTI, SUNTI E COMUNICATI

Agenzia italiana del farmaco

Autorità di bacino dei fiumi Isonzo, Tagliamento, Livenza, Piave, Brenta-Bacchiglione

Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare

Ministero della difesa

Ministero della salute

Presidenza del Consiglio dei ministri

DIPARTIMENTO DELLA GIOVENTÙ E DEL SERVIZIO CIVILE NAZIONALE

ATTI DEGLI ORGANI COSTITUZIONALI

CAMERA DEI DEPUTATI

Convocazione del Parlamento in seduta comune

La Camera dei deputati ed il Senato della Repubblica sono convocati, in seduta comune, l'11 giugno 2015, alle ore 15, con il seguente

Ordine del giorno:

Votazione per l'elezione di un giudice della Corte costituzionale (ventitreesimo scrutinio);

Votazione per l'elezione di un giudice della Corte costituzionale (secondo scrutinio).

La Presidente della Camera dei deputati: LAURA BOLDRINI

15A04443

DECRETI PRESIDENZIALI

DECRETO DEL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA 21 maggio 2015.

Scioglimento del consiglio comunale di Ballabio e nomina del commissario straordinario.

IL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA

Considerato che nelle consultazioni elettorali del 28 e 29 marzo 2010 sono stati rinnovati gli organi elettivi del comune di Ballabio (Lecco);

Viste le dimissioni dalla carica rassegnate, in data 2 aprile 2015, dal sindaco, divenute irrevocabili a termini di legge;

Ritenuto, pertanto, che, ai sensi dell'art. 53, comma 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267, ricorrano gli estremi per far luogo allo scioglimento della suddetta rappresentanza;

Visto l'art. 141, comma 1, lettera *b)*, n. 2, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267;

Sulla proposta del Ministro dell'interno, la cui relazione è allegata al presente decreto e ne costituisce parte integrante;

Decreta:

Art. 1.

Il consiglio comunale di Ballabio (Lecco) è sciolto.

Art. 2.

La dottoressa Marinella Rancurello è nominata commissario straordinario per la provvisoria gestione del comune suddetto fino all'insediamento degli organi ordinari, a norma di legge. Al predetto commissario sono conferiti i poteri spettanti al consiglio comunale, alla giunta ed al sindaco.

Dato a Roma, addì 21 maggio 2015

MATTARELLA

ALFANO, *Ministro dell'interno*

ALLEGATO

Al Presidente della Repubblica

Il consiglio comunale di Ballabio (Lecco) è stato rinnovato a seguito delle consultazioni elettorali del 28 e 29 marzo 2010, con contestuale elezione del sindaco nella persona del signor Luigi Pontiggia.

Il citato amministratore, in data 2 aprile 2015, ha rassegnato le dimissioni dalla carica e le stesse, decorsi venti giorni dalla data di presentazione al consiglio, sono divenute irrevocabili, a termini di legge.

Configuratasi l'ipotesi dissolutoria disciplinata dall'art. 53, comma 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267, il viceprefetto vicario di Lecco, in sede vacante, ha proposto lo scioglimento del consiglio comunale sopra citato disponendone, nel contempo, con provvedimento del 23 aprile 2015, la sospensione, con la conseguente nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune.

Per quanto esposto si ritiene che, nella specie, ricorrano gli estremi per far luogo al proposto scioglimento, ai sensi dell'art. 141, comma 1, lettera *b)*, n. 2, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267.

Sottopongo, pertanto, alla firma della S.V. l'unito schema di decreto con il quale si provvede allo scioglimento del consiglio comunale di Ballabio (Lecco) ed alla nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune nella persona della dottoressa Marinella Rancurello.

Roma, 7 maggio 2015

Il Ministro dell'interno: ALFANO

15A04208

DECRETO DEL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA 21 maggio 2015.

Scioglimento del consiglio comunale di Pompeiana.

IL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA

Considerato che nelle consultazioni elettorali del 15 e 16 maggio 2011 sono stati rinnovati gli organi elettivi del comune di Pompeiana (Imperia);

Considerato altresì che, in data 20 aprile 2015, il sindaco è deceduto;

Ritenuto, pertanto, che, ai sensi dell'art. 53, comma 1, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267, ricorrano gli estremi per far luogo allo scioglimento della suddetta rappresentanza;

Visto l'art. 141, comma 1, lett. *b)*, n. 1, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267;

Sulla proposta del Ministro dell'interno, la cui relazione è allegata al presente decreto e ne costituisce parte integrante

Decreta:

Il consiglio comunale di Pompeiana (Imperia) è sciolto.

Dato a Roma, addì 21 maggio 2015

MATTARELLA

ALFANO, *Ministro dell'interno*

ALLEGATO

Al Presidente della Repubblica

Il consiglio comunale Pompeiana (Imperia) è stato rinnovato a seguito delle consultazioni elettorali del 15 e 16 maggio 2011, con contestuale elezione del sindaco nella persona del signor Rinaldo Boeri.

Il citato amministratore, in data 20 aprile 2015, è deceduto.

Si è configurata, pertanto, una delle fattispecie previste dall'art. 53, comma 1, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267, in base al quale il decesso del sindaco costituisce presupposto per lo scioglimento del consiglio comunale.

Per quanto esposto si ritiene che, ai sensi dell'art. 141, comma 1, lettera *b)*, n. 1, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267, ricorrano gli estremi per far luogo al proposto scioglimento.

Sottopongo, pertanto, alla firma della S.V. l'unito schema di decreto con il quale si provvede allo scioglimento del consiglio comunale di Pompeiana (Imperia).

Roma, 7 maggio 2015

Il Ministro dell'interno: ALFANO

15A04209

DECRETO DEL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA 21 maggio 2015.

Scioglimento del consiglio comunale di Montegrotto Terme e nomina del commissario straordinario.

IL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA

Considerato che nelle consultazioni elettorali del 15 e 16 maggio 2011 sono stati rinnovati gli organi elettivi del comune di Montegrotto Terme (Padova);

Viste le dimissioni rassegnate, con atti separati contemporaneamente acquisiti al protocollo dell'ente, da nove consiglieri su sedici assegnati al comune, a seguito delle quali non può essere assicurato il normale funzionamento degli organi e dei servizi;

Ritenuto, pertanto, che ricorrano gli estremi per far luogo allo scioglimento della suddetta rappresentanza;

Visto l'art. 141, comma 1, lett. *b)*, n. 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267;

Sulla proposta del Ministro dell'interno, la cui relazione è allegata al presente decreto e ne costituisce parte integrante;

Decreta:

Art. 1.

Il consiglio comunale di Montegrotto Terme (Padova) è sciolto.

Art. 2.

Il dottor Aldo Luciano è nominato commissario straordinario per la provvisoria gestione del comune suddetto fino all'insediamento degli organi ordinari, a norma di legge.

Al predetto commissario sono conferiti i poteri spettanti al consiglio comunale, alla giunta ed al sindaco.

Dato a Roma, addì 21 maggio 2015

MATTARELLA

ALFANO, *Ministro dell'interno*

ALLEGATO

Al Presidente della Repubblica

Nel consiglio comunale di Montegrotto Terme (Padova), rinnovato nelle consultazioni elettorali del 15 e 16 maggio 2011 e composto dal sindaco e da sedici consiglieri, si è venuta a determinare una grave situazione di crisi a causa delle dimissioni rassegnate da nove componenti del corpo consiliare.

Le citate dimissioni, presentate personalmente dalla metà più uno dei consiglieri, con atti separati contemporaneamente acquisiti al protocollo dell'ente in data 22 aprile 2015, hanno determinato l'ipotesi dissolutoria dell'organo elettivo disciplinata dall'art. 141, comma 1, lettera *b)*, n. 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267.

Pertanto, il prefetto di Padova ha proposto lo scioglimento del consiglio comunale sopracitato disponendone, nel contempo, con provvedimento del 23 aprile 2015, la sospensione, con la conseguente nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune.

Considerato che nel suddetto ente non può essere assicurato il normale funzionamento degli organi e dei servizi, essendo venuta meno l'integrità strutturale minima del consiglio comunale compatibile con il mantenimento in vita dell'organo, si ritiene che, nella specie, ricorrano gli estremi per far luogo al proposto scioglimento.

Sottopongo, pertanto, alla firma della S.V. l'unito schema di decreto con il quale si provvede allo scioglimento del consiglio comunale di Montegrotto Terme (Padova) ed alla nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune nella persona del dottor Aldo Luciano.

Roma, 7 maggio 2015

Ministro dell'interno: ALFANO

15A04210

DECRETO DEL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA 21 maggio 2015.

Scioglimento del consiglio comunale di Chiaravalle Centrale e nomina del commissario straordinario.

IL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA

Considerato che nelle consultazioni elettorali del 15 e 16 maggio 2011 sono stati rinnovati gli organi elettivi del comune di Chiaravalle Centrale (Catanzaro);

Viste le dimissioni rassegnate, con atto unico acquisito al protocollo dell'ente, da sette consiglieri su dodici assegnati al comune, a seguito delle quali non può essere assicurato il normale funzionamento degli organi e dei servizi;

Ritenuto, pertanto, che ricorrano gli estremi per far luogo allo scioglimento della suddetta rappresentanza;

Visto l'articolo 141, comma 1, lettera *b)*, n. 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267;

Sulla proposta del Ministro dell'interno, la cui relazione è allegata al presente decreto e ne costituisce parte integrante;

Decreta:

Art. 1.

Il consiglio comunale di Chiaravalle Centrale (Catanzaro) è sciolto.

Art. 2.

La dott.ssa Costanza Pino è nominata commissario straordinario per la provvisoria gestione del comune suddetto fino all'insediamento degli organi ordinari, a norma di legge.

Al predetto commissario sono conferiti i poteri spettanti al consiglio comunale, alla giunta ed al sindaco.

Dato a Roma, addì 21 maggio 2015

MATTARELLA

ALFANO, *Ministro dell'interno*

ALLEGATO

Al Presidente della Repubblica

Nel consiglio comunale di Chiaravalle Centrale (Catanzaro), rinnovato nelle consultazioni elettorali del 15 e 16 maggio 2011 e composto dal sindaco e da dodici consiglieri, si è venuta a determinare una grave situazione di crisi a causa delle dimissioni rassegnate da sette componenti del corpo consiliare, con atto unico acquisito al protocollo dell'ente in data 16 aprile 2015.

Le citate dimissioni, presentate per il tramite di un consigliere dimissionario, all'uopo delegato con atto autenticato, hanno determinato l'ipotesi dissolutoria dell'organo elettivo disciplinata dall'art. 141, comma 1, lettera *b)*, n. 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267.

Pertanto, il prefetto di Catanzaro ha proposto lo scioglimento del consiglio comunale sopracitato disponendone, nel contempo, con provvedimento del 20 aprile 2015, la sospensione, con la conseguente nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune.

Considerato che nel suddetto ente non può essere assicurato il normale funzionamento degli organi e dei servizi, essendo venuta meno l'integrità strutturale minima del consiglio comunale compatibile con il mantenimento in vita dell'organo, si ritiene che, nella specie, ricorrano gli estremi per far luogo al proposto scioglimento.

Sottopongo, pertanto, alla firma della S.V. l'unito schema di decreto con il quale si provvede allo scioglimento del consiglio comunale di Chiaravalle Centrale (Catanzaro) ed alla nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune nella persona della dott.ssa Costanza Pino.

Roma, 7 maggio 2015

Il Ministro dell'interno: ALFANO

15A04211

DECRETO DEL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA 21 maggio 2015.

Scioglimento del consiglio comunale di Caorle e nomina del commissario straordinario.

IL PRESIDENTE DELLA REPUBBLICA

Considerato che nelle consultazioni elettorali del 6 e 7 maggio 2012 sono stati rinnovati gli organi elettivi del comune di Caorle (Venezia);

Viste le dimissioni contestuali rassegnate da dieci consiglieri su sedici assegnati all'ente, a seguito delle quali non può essere assicurato il normale funzionamento degli organi e dei servizi;

Ritenuto, pertanto, che ricorrano gli estremi per far luogo allo scioglimento della suddetta rappresentanza;

Visto l'articolo 141, comma 1, lettera *b)*, n. 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267;

Sulla proposta del Ministro dell'interno, la cui relazione è allegata al presente decreto e ne costituisce parte integrante;

Decreta:

Art. 1.

Il consiglio comunale di Caorle (Venezia) è sciolto.

Art. 2.

La dott.ssa Piera Bumma è nominata commissario straordinario per la provvisoria gestione del comune suddetto fino all'insediamento degli organi ordinari, a norma di legge.

Al predetto commissario sono conferiti i poteri spettanti al consiglio comunale, alla giunta ed al sindaco.

Dato a Roma, addì 21 maggio 2015

MATTARELLA

ALFANO, *Ministro dell'interno*

ALLEGATO

Al Presidente della Repubblica

Nel consiglio comunale di Caorle (Venezia), rinnovato nelle consultazioni elettorali del 6 e 7 maggio 2012 e composto dal sindaco e da sedici consiglieri, si è venuta a determinare una grave situazione di crisi a causa delle dimissioni rassegnate da dieci componenti del corpo consiliare.

Le citate dimissioni, presentate personalmente da oltre la metà dei consiglieri con atto unico acquisito al protocollo dell'ente in data 9 aprile 2015, hanno determinato l'ipotesi dissolutoria dell'organo elettivo disciplinata dall'art. 141, comma 1, lettera *b)*, n. 3, del decreto legislativo 18 agosto 2000, n. 267.

Pertanto, il prefetto di Venezia ha proposto lo scioglimento del consiglio comunale sopracitato disponendone, nel contempo, con provvedimento del 17 aprile 2015, la sospensione, con la conseguente nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune.

Considerato che nel suddetto ente non può essere assicurato il normale funzionamento degli organi e dei servizi, essendo venuta meno l'integrità strutturale minima del consiglio comunale compatibile con il mantenimento in vita dell'organo, si ritiene che, nella specie, ricorrano gli estremi per far luogo al proposto scioglimento.

Sottopongo, pertanto, alla firma della S.V. l'unito schema di decreto con il quale si provvede allo scioglimento del consiglio comunale di Caorle (Venezia) ed alla nomina del commissario per la provvisoria gestione del comune nella persona della dott.ssa Piera Bumma.

Roma, 7 maggio 2015

Il Ministro dell'interno: ALFANO

15A04212

DECRETI, DELIBERE E ORDINANZE MINISTERIALI

MINISTERO DELL'AMBIENTE E DELLA TUTELA DEL TERRITORIO E DEL MARE

DECRETO 5 maggio 2015.

Metodi di valutazione delle stazioni di misurazione della qualità dell'aria di cui all'articolo 6 del decreto legislativo 13 agosto 2010, n. 155.

IL MINISTRO DELL'AMBIENTE
E DELLA TUTELA DEL TERRITORIO
E DEL MARE

DI CONCERTO CON

IL MINISTRO DELLA SALUTE

Visto il decreto legislativo 13 agosto 2010, n. 155, recante attuazione della direttiva 2008/50/CE, relativa alla qualità dell'aria ambiente e per un'aria più pulita in Europa;

Visti gli articoli 6 e 8 del decreto legislativo n. 155/2010, i quali prevedono che, in aggiunta alle misurazioni svolte dalle reti regionali di misura della qualità dell'aria, sia intrapresa una serie di misurazioni speciali presso alcune stazioni da individuare tramite decreti del Ministro dell'ambiente;

Visto il decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012, nel quale sono state individuate le stazioni speciali di misurazione della qualità dell'aria di cui all'art. 6, comma 1, e all'art. 8, commi 6 e 7, del decreto legislativo n. 155/2010;

Considerato che le stazioni speciali di misurazione sono previste, tra l'altro, per le concentrazioni di massa totale e per speciazione chimica del materiale particolato PM10 e PM2.5 e per le concentrazioni degli idrocarburi policiclici aromatici diversi dal benzo(a)pirene;

Considerato che l'art. 6, comma 3, del decreto legislativo n. 155/2010 prevede anche che, tramite decreti del Ministro dell'ambiente, siano individuati, ai fini dell'esercizio delle stazioni speciali di misurazione, il metodo di campionamento e di analisi da utilizzare in relazione alle concentrazioni di massa totale e per speciazione chimica del materiale particolato PM10 e PM2.5, nonché le relative modalità di comunicazione alla Commissione europea, e il metodo di campionamento e di analisi da utilizzare in relazione alle concentrazioni degli idrocarburi policiclici aromatici diversi dal benzo(a)pirene;

Considerato che il decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012 ha rinviato ad un successivo decreto l'individuazione dei metodi di campionamento e di analisi, ove non ancora previsti dalla vigente normativa;

Considerato che il decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012 ha rinviato ad un successivo decreto anche la determinazione della data entro cui devono essere avviate le misurazioni presso le stazioni speciali;

Visto l'Accordo di collaborazione sottoscritto in data 23 dicembre 2010 tra il Ministero dell'ambiente, il CNR, l'ENEA e l'ISS, ai sensi dell'art. 15 della legge n. 241/90, al fine di realizzare un quadro organizzativo idoneo ad assicurare la scelta e l'attivazione delle stazioni speciali di misurazione della qualità dell'aria previste dal decreto legislativo n. 155/2010;

Visto in particolare l'art. 2, comma 1, lettera *b)*, dell'Accordo, il quale prevede che, sulla base di una apposita istruttoria, si definiscano proposte di metodi di campionamento e di analisi da utilizzare in relazione alle concentrazioni di massa totale e per speciazione chimica del materiale particolato PM10 e PM2.5 ed in relazione alle concentrazioni degli idrocarburi policiclici aromatici diversi dal benzo(a)pirene;

Considerato che, nell'ambito dell'Accordo, è stato istituito un Comitato tecnico scientifico con il compito, tra l'altro, di assicurare alla Parti un confronto scientifico per svolgere le necessarie istruttorie e, sulla base di queste, formulare proposte al Ministero dell'ambiente;

Considerato che il CNR ha presentato, in sede di attuazione dell'Accordo, una proposta relativa ai metodi di campionamento e di analisi da utilizzare in relazione alle concentrazioni di massa totale e per speciazione chimica del materiale particolato PM10 e PM2.5 ed in relazione alle concentrazioni degli idrocarburi policiclici aromatici diversi dal benzo(a)pirene;

Considerato l'esame positivo svolto dal Comitato tecnico scientifico in merito alla proposta del CNR;

Considerato che, in materia di qualità dell'aria, il Ministero dell'ambiente si può avvalere, secondo quanto previsto dall'art. 1, comma 5, del decreto legislativo n. 155/2010, del supporto tecnico dell'Istituto superiore per la protezione e la ricerca ambientale (ISPRA);

Considerato che il Ministero dell'ambiente ha inviato all'ISPRA, per acquisirne il parere tecnico, la proposta di metodi di campionamento e di analisi da utilizzare in relazione alle concentrazioni di massa totale e per speciazione chimica del materiale particolato PM10 e PM2.5 ed in relazione alle concentrazioni degli idrocarburi policiclici aromatici diversi dal benzo(a)pirene;

Viste le note prodotte dall'ISPRA il 12 novembre 2012 ed il 7 giugno 2013, inviate al Ministero dell'ambiente, contenenti osservazioni circa la proposta dei metodi, che sono state condivise in apposite riunioni tra il Ministero e l'Istituto e che sono state conseguentemente recepite;

Considerato che, come stabilito anche dall'allegato VI del decreto legislativo n. 155/2010, i metodi di riferimento per il campionamento e l'analisi delle sostanze inquinanti adottati dal Comitato europeo di normalizzazione (CEN) si sostituiscono automaticamente a quelli previsti a livello nazionale;

Considerato che il termine entro cui devono essere avviate le misurazioni presso le stazioni speciali può essere ragionevolmente fissato in sei mesi dalla data di entrata in vigore del presente decreto, alla luce dei tempi tecnici indispensabili ad adeguare le stazioni esistenti rispetto alle strumentazioni ed alle procedure necessarie per effettuare tali misurazioni;

Visto l'art. 4 del decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012, che prevede le stazioni di misurazione indicativa delle concentrazioni di arsenico, cadmio, nichel, mercurio, benzo(a)pirene ed altri ipa di rilevanza tossicologica e per la misurazione indicativa della relativa deposizione totale, ed in particolare il comma 2, il quale individua, come stazione per la misurazione delle concentrazioni del mercurio gassoso totale, della deposizione totale del mercurio e della misurazione del mercurio bivalente particolato e gassoso, la stazione di fondo in sito suburbano denominata "Stazione EMEP del CNR-IIA di Montelibretti";

Considerato che l'art. 6, comma 1, lettera *c)*, del decreto legislativo n. 155/2010, prevede, per la misurazione indicativa del mercurio gassoso totale e alla deposizione totale del mercurio, almeno tre stazioni di misurazione di fondo;

Tenuto conto che, in sede di attuazione dall'Accordo di collaborazione del 23 dicembre 2010, sono state formulate, su richiesta del Ministero dell'ambiente, relativamente alla misurazione delle concentrazioni del mercurio gassoso totale e della deposizione totale del mercurio, una proposta della regione Lombardia, riferita alla stazione di fondo in sito rurale denominata "Schivenoglia", e una proposta della regione Puglia, riferita alla stazione di fondo in sito rurale denominata "Monte Sant'Angelo";

Considerato l'esame positivo svolto dal Comitato tecnico scientifico previsto dall'Accordo di collaborazione del 23 dicembre 2010 in merito alle proposte delle Regioni;

Considerato che, con un successivo decreto della stessa natura, si provvederà ad adottare le ulteriori norme di attuazione degli articoli 6 e 8 del decreto legislativo n. 155/2010;

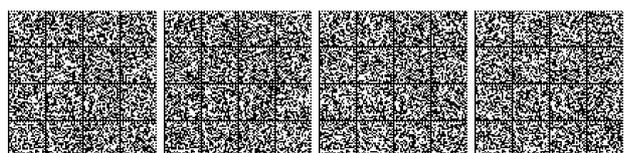
Sentita la Conferenza unificata di cui al decreto legislativo n. 281/97, la quale ha espresso il proprio parere nella riunione del 25 marzo 2015;

Decreta:

Art. 1.

Norme di attuazione degli articoli 6, comma 1, e 8, commi 6 e 7, del decreto legislativo 13 agosto 2010, n. 155

1. Ai fini dell'esercizio delle stazioni di misurazione della qualità dell'aria individuate dal decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012, il presente decreto, ai sensi dell'art. 6, comma 1, e dell'art. 8, commi 6 e 7, del decreto legislativo 13 agosto 2010, n. 155, stabilisce:

a) in allegato I, il metodo di campionamento e di analisi da applicare in relazione alle concentrazioni di massa totale e per speciazione chimica del materiale particolato PM10 e PM2.5;

b) in allegato II, il metodo di campionamento e di analisi da applicare in relazione alle concentrazioni degli idrocarburi policiclici aromatici diversi dal benzo(a)pirene.

2. I metodi di riferimento per il campionamento e l'analisi stabiliti dal Comitato europeo di normalizzazione (CEN) si sostituiscono, a decorrere dall'adozione delle relative norme, ai metodi di riferimento per il campionamento e l'analisi stabiliti all'allegato I e all'allegato II del presente decreto.

3. Il metodo di campionamento e di analisi di cui al comma 1, lettera *a)*, è comunicato dal Ministero dell'ambiente alla Commissione europea entro due mesi dalla data di entrata in vigore del presente decreto.

4. Le misurazioni previste dall'art. 6, comma 1, e dall'art. 8, commi 6 e 7, del decreto legislativo 13 agosto 2010, n. 155, sono avviate, presso le stazioni individuate dal decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012, entro sei mesi dalla data di entrata in vigore del presente decreto.

5. Con successivo decreto si provvede all'adozione delle ulteriori norme di attuazione degli articoli 6 e 8 del decreto legislativo n. 155/2010.

Art. 2.

Modifiche all'art. 4, comma 2, del decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012

1. L'art. 4, comma 2, del decreto del Ministro dell'ambiente 29 novembre 2012 è sostituito dal seguente:

"2. Operano come stazioni di misurazione previste dall'art. 6, comma 1, lettera *c)*, del decreto legislativo n. 155/2010:

a) in relazione alle concentrazioni del mercurio gassoso totale, alla deposizione totale del mercurio e alla misura del mercurio bivalente particolato e gassoso:

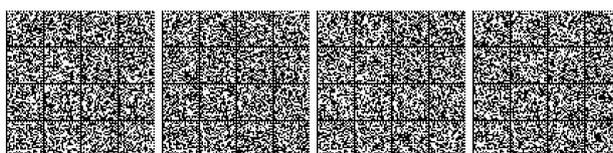
Regione	Provincia	Comune	Denominazione	Classificazione
Lazio	Roma	Montelibretti	Stazione EMEP di CNR - IIA di Montelibretti	Stazione di fondo in sito suburbano

b) in relazione alle concentrazioni del mercurio gassoso totale e alla deposizione totale del mercurio:

Regione	Provincia	Comune	Denominazione	Classificazione
Lombardia	Mantova	Schivenoglia	Schivenoglia	Stazione di fondo in sito rurale
Puglia	Foggia	Monte Sant'Angelo	Monte Sant'Angelo	Stazione di fondo in sito rurale

Roma, 5 maggio 2015

Il Ministro dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare
GALLETTI

Il Ministro della salute
LORENZIN

ALLEGATO I

Metodo di campionamento e di analisi per la misura delle concentrazioni di massa totale e per speciazione chimica del materiale particolato PM10 e PM 2.5

1. FINALITA'

Il presente allegato descrive due procedure analitiche per la determinazione delle specie chimiche presenti nel particolato atmosferico campionato su membrana filtrante, la prima finalizzata alla determinazione delle specie ioniche solubili in acqua, la seconda alla determinazione della speciazione del carbonio tra le forme carbonio organico (OC) e carbonio elementare (EC).

2. TERMINI E DEFINIZIONI

Per gli scopi di questo metodo si applicano i seguenti termini e definizioni.

2.1 Analita
Sostanza oggetto d'indagine quali/quantitativa, la cui presenza nel substrato deve essere confermata e quantificata.

2.2 Aria ambiente
Aria degli ambienti esterni, con esclusione di quella appartenente a luoghi di lavoro.

2.3 Carbonio elementare (EC)
Frazione del carbonio totale in un campione di PM, caratterizzata da non-volatilità secondo uno specifico protocollo termo/ottico; viene rilasciato dal campione solo per ossidazione.

2.4 Carbonio organico (OC)
Frazione del carbonio totale in un campione di PM che volatilizza o pirolizza quando viene applicato uno specifico protocollo termo/ottico.

2.5 Carbonio inorganico (IC)
Frazione del carbonio totale appartenente a specie minerali, inclusi i carbonati.

2.6 Carbonio totale (TC)
Quantità totale di atomi di carbonio in un campione di PM; comprende EC, OC e IC

2.7 Membrana bianco di laboratorio
Membrana filtrante che non è stata trasportata al di fuori del laboratorio e che è stata sottoposta alla stessa procedura analitica utilizzata per le membrane su cui è stato operato il campionamento della polvere atmosferica

2.8 Membrana bianco di campo
Membrana filtrante che è stata sottoposta alla stessa procedura applicata alle membrane su cui è stato operato il campionamento della polvere atmosferica, ma attraverso la quale non è stata fatta passare aria ambiente.

2.9 Soluzione di riferimento
Soluzione usata per tarare lo strumento d'analisi chimica, contenente gli analiti d'interesse a concentrazioni opportune; viene preparata per diluizione di una soluzione madre, che contiene gli analiti al massimo grado di purezza possibile.

2.10 PM10
Materiale particolato che penetra attraverso un ingresso dimensionale selettivo conforme al metodo di riferimento per il campionamento e la misurazione del PM10 (norma UNI EN 12341), con un'efficienza di penetrazione del 50 per cento per materiale particolato di diametro aerodinamico pari a 10 μm.

2.11 PM2,5
Materiale particolato che penetra attraverso un ingresso dimensionale selettivo conforme al metodo di riferimento per il campionamento e la misurazione del PM2,5 (norma UNI EN 14907), con un'efficienza di penetrazione del 50 per cento per materiale particolato di diametro aerodinamico pari a 2,5 μm.

3. <u>SIMBOLI E ABBREVIAZIONI</u>

3.1 Simboli

γ_{amb} concentrazione di massa dello ione nell'aria ambiente, espressa in $\mu g/m^3$
a valore dell'area della superficie campionata della membrana filtrante, espressa in cm^2
B valore di carbonio misurato sulla porzione di membrana analizzata, espresso in $\mu gC/cm^2$
C_{amb} concentrazione di massa del carbonio nell'aria ambiente, espressa in $\mu g/m^3$
δ deviazione dalla retta di taratura
I_{blk} area cromatografica media del picco attribuibile allo ione nell'analisi delle membrane non campionate
I_{sam} area cromatografica del picco attribuibile allo ione nell'analisi della membrana campionata
k fattore di copertura, pari a 2 per un livello di fiducia del 95 %
m_{ext} massa di soluzione estraente, espressa in g
m_{ion} massa dello ione sulla membrana campionata, espressa in μg
R risoluzione cromatografica
s scarto tipo della ripetibilità analitica
t_x tempo di ritenzione del picco cromatografico, espresso in min
U_r incertezza estesa relativa (*relative expanded uncertainty)*: intervallo entro il quale si trova il valore del misurando con un più elevato livello di fiducia
u(x) incertezza standard stimata di *x* (*estimated standard uncertainty)*

u_c Incertezza tipo composta (*combined standard uncertainty*): incertezza totale del risultato della misura

V_{amb} volume di aria ambiente campionato, espresso in m^3 (a temperatura e pressione ambiente)

V_{cal} pendenza della curva di taratura, espressa in g/µg.

x_{ext} frazione di massa dello ione nell'estratto, espressa in µg/g

w_x ampiezza del picco cromatografico, espressa in min

3.2 Abbreviazioni

EMEP Co-operative Program for Monitoring and Evaluation of the Long-range Transmission of Air Pollutants in Europe

EUSAAR European Super-sites for Atmospheric Aerosol Research

IMPROVE US-Interagency Monitoring of Protected Visual Environments

NIOSH National Institute for Occupational Safety and Health

HDPE polietilene ad alta densità

PM materiale particellare sospeso in atmosfera

PyC carbonio prodotto dalla pirolisi del carbonio organico

R risoluzione cromatografica

UNI Ente Nazionale Italiano di Unificazione

4. PRINCIPIO DEL METODO

Il metodo consta di due fasi principali: il prelievo delle polveri sospese in aria ambiente, operato sul campo, e la successiva analisi chimica, effettuata in laboratorio.
Durante la prima fase (campionamento) la frazione di interesse delle polveri atmosferiche (PM10 o PM2,5) viene raccolta su una membrana filtrante in quarzo. Il campionamento viene effettuato aspirando attraverso la membrana un volume noto di aria mediante i sistemi di campionamento a basso volume (2,3 m^3/h) descritti rispettivamente nella norma UNI EN 12341:2001 e UNI EN 14907:2005. E' possibile utilizzare sistemi dotati di dispositivo automatico sequenziale per la sostituzione dei filtri. E' inoltre possibile utilizzare sistemi di misura della concentrazione di massa del particolato basati sull'attenuazione delle radiazioni beta, purché operanti su membrana da 47 mm di diametro, previa dimostrazione dell'equivalenza al metodo di riferimento eseguita in accordo alla "*Guide to the demontration of equivalence of ambient air monitoring methods – January 2010*". La durata del singolo campionamento è pari a 24 ore.
Al termine della prima fase le membrane vengono trasportate al laboratorio di analisi per la fase successiva.
Durante la seconda fase (analisi), le specie ioniche vengono estratte dalle membrane e sottoposte ad analisi strumentale per cromatografia ionica con rivelatore a conducibilità elettrica. Per la determinazione di EC ed OC le membrane vengono sottoposte, tal quali, ad analisi termo-ottica. Questa tecnica di analisi si basa su un processo di volatilizzazione ed ossidazione dei componenti carboniosi presenti nel campione di particolato atmosferico e sulla quantificazione dei gas rilasciati, con correzione ottica dell'annerimento dovuto alla pirolisi del OC che si verifica durante il processo.

5. PRELIEVO DELLE POLVERI

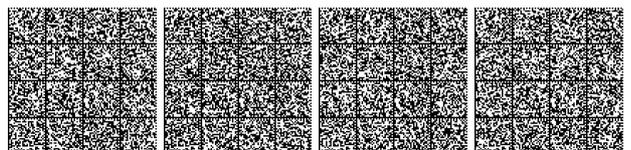
5.1 Controllo della strumentazione di campionamento

Devono essere pulite, prima dell'uso, le parti interne della testa di campionamento (*sampling inlet*), la linea di prelievo, ed ogni altra parte del campionatore che, secondo le istruzioni ed avvertenze del costruttore, possa venire a contatto con il filtro di raccolta delle polveri (es., il meccanismo di cambio dei filtri, i portafiltri ed i loro componenti). Ispezionare periodicamente (almeno ogni due settimane) le superfici d'impatto dell'impattore; se necessario, rimuovere la polvere depositata, pulirle e procedere ad un nuovo ingrassaggio.
Sul campionatore devono essere effettuati tutti i controlli di QA/QC previsti dalla norma UNI EN 14907 ed UNI EN 12341.

5.2 Preparazione delle membrane di campionamento

Le membrane in quarzo, di diametro pari a 47 mm, devono essere prive di leganti ed a basso contenuto di sodio e calcio. La loro manipolazione deve essere eseguita utilizzando pinzette a punta arrotondata e piatta, al fine di evitare contaminazioni e danneggiamenti.
Ogni membrana va ispezionata prima dell'uso, facendo attenzione che non siano presenti fori, sbavature, depositi, macchie, granelli, imperfezioni e non-uniformità del substrato. Le membrane che risultano in non perfetto stato di conservazione devono essere eliminate.
Ad ogni membrana deve essere assegnato un codice unico d'identificazione; la membrana deve essere quindi disposta in un contenitore di materiale appropriato (es.: HDPE) fornito d'etichetta. Il contenitore sarà usato per conservare e trasportare la membrana tra il laboratorio ed il luogo di campionamento e viceversa. Qualora risultasse necessario marcare la membrana ai fini identificativi (e non sia sufficiente etichettare il contenitore di trasporto), eseguire l'operazione ai margini della membrana stessa, in una sezione che non sarà analizzata in seguito (ad esempio, nel caso di membrane con anello esterno rimovibile, la marcatura deve essere fatta sull'anello).
Stabilire una sequenza di membrane e registrare l'operazione su un registro o su un supporto informatico, documentando la vita e le caratteristiche di ogni membrana. Se il sistema campionatore è del tipo sequenziale, che opera in automatico per un periodo stabilito, caricare il numero richiesto di membrane negli alloggiamenti porta-filtro e quindi nel caricatore dello strumento. L'insieme, pronto per l'impiego, deve essere sigillato e conservato tale nel trasporto, fino al momento del montaggio del caricatore all'interno del campionatore. Registrare quale membrana è collocata in ciascun alloggiamento e qual è la sua posizione nel caricatore.
Prevedere alcune membrane da utilizzare come "bianco di laboratorio". Manipolarle esattamente come i campioni reali, senza tuttavia trasportarle al luogo di campionamento.
Prevedere alcune membrane da utilizzare come "bianco di campo" (almeno una per ogni serie costituita da 15 membrane di campionamento). Trattare i "bianchi di campo" come se fossero campioni reali, trasportandoli al sito di campionamento, senza aspirare aria attraverso di essi, e mantenendoveli per un tempo equivalente a quello di permanenza dei campioni reali.
Per i "bianchi di campo" ed i "bianchi di laboratorio", l'analisi sarà condotta come per i campioni reali.

5.3 Raccolta e conservazione dei campioni

Nel caso di sistemi a singolo filtro, recuperare la membrana dal campionatore al termine del prelievo, quindi riporla in un contenitore da trasporto etichettato in modo inequivocabile e sigillarlo

per il trasporto al laboratorio di analisi. Nel caso di sistemi sequenziali, raccogliere la sequenza di membrane campionate, generalmente alloggiate all'interno di un caricatore, ed avvolgerla con un film isolante (p.es., alluminio e/o *parafilm*) per il trasporto al laboratorio di analisi.
Tutti i dettagli del campionamento devono essere annotati su registro o su supporto informatico (data di campionamento, volume campionato alle condizioni ambientali, eventuali interruzioni elettriche o malfunzionamenti, ed ogni altra informazione utile a valutare la qualità e rappresentatività del campione).
Il trasporto delle membrane campionate al laboratorio d'analisi deve avvenire, per ogni serie costituita da 15 filtri, entro due settimane dal termine del campionamento sull'ultimo filtro. Durante il trasporto le membrane devono essere mantenute ad un temperatura inferiore a 20°C. In laboratorio le membrane campionate devono essere conservate a temperature inferiori a 5°C; l'analisi deve essere eseguita entro 60 giorni dell'arrivo dei campioni.

6. ANALISI DELLE SPECIE IONICHE

6.1 Attrezzatura

6.1.1 Apparecchiature e materiali di laboratorio

I campioni, le soluzioni di misura e le soluzioni di riferimento devono essere mantenuti in contenitori inerti rispetto agli analiti misurati, ad esempio contenitori in polietilene ad alta densità (HDPE).
L'attrezzatura da laboratorio deve essere lavata a fondo e risciacquata accuratamente con acqua deionizzata prima dell'uso.
Oltre alle attrezzature di laboratorio ordinarie, sono necessari matracci per la conservazione degli standard e delle soluzioni di riferimento, dosatori a volume variabile, filtri monouso da siringa (diametro pori: 0,45 μm), vasca ad ultrasuoni, pinzette a punta arrotondata e piatta, provette in HDPE.

6.1.2 Strumentazione

Cromatografo ionico. In generale, consiste dei seguenti componenti: serbatoio per l'eluente ed unità di degassaggio, pompa per cromatografia liquida ad alte prestazioni, sistema di iniezione del campione (capillare tarato [*loop*] di appropriate dimensioni, ad esempio 0,02 mL, oppure dispositivo auto-campionatore), pre-colonna di guardia e colonna separatrice, soppressore, rivelatore a conducibilità, sistema di registrazione ed elaborazione del segnale.

6.2 Procedura di analisi

6.2.1 Estrazione

Utilizzando le pinzette, inserire ogni membrana all'interno di una provetta in HDPE; aggiungere un volume di acqua deionizzata quanto più piccolo possibile ma sufficiente a ricoprire completamente il campione (tipicamente, per filtri da 47 mm di diametro sono sufficienti 10 mL).
Sottoporre le provette contenenti i campioni ad erogazione di ultrasuoni per almeno 15 minuti. Gli estratti sono stabili solo per alcuni giorni e vanno analizzati entro 48 ore dal momento dell'estrazione.

6.2.2 Analisi

Per effettuare l'analisi in cromatografia ionica introdurre, mediante una siringa, un piccolo volume dell'estratto (non più di 0,5 mL) nel sistema di iniezione dello strumento, avendo l'accortezza di inserire un filtro monouso nella siringa di iniezione allo scopo di rimuovere fibre di quarzo o altri corpi di piccole dimensioni eventualmente presenti in sospensione.
All'interno dello strumento il campione viene miscelato con l'eluente e pompato attraverso la colonna di guardia e la colonna per la separazione cromatografica. Gli analiti sono determinati mediante misura della conducibilità elettrica, con o senza l'uso di un sistema di soppressione.
L'identificazione degli ioni si basa sui tempi di ritenzione dei picchi cromatografici; per assicurare la corretta identificazione dei singoli ioni è necessario che all'interno della stessa serie di analisi la variazione dei tempi di ritenzione non superi il 10 % e la risoluzione cromatografica (R) per ogni coppia di picchi successivi sia superiore ad 1. La risoluzione cromatografica R viene calcolata come due volte il rapporto fra la differenza dei tempi di ritenzione (t_x) divisa per la somma dell'ampiezza dei picchi (w_x) misurata alla base:

$$R = 2\ (t_2 - t_1) / (w_1 + w_2)$$

6.2.3 Taratura

Il cromatografo ionico deve essere tarato mediante soluzioni di riferimento contenenti concentrazioni note degli ioni di interesse. Le soluzioni di riferimento devono essere preparate a partire da campioni certificati e riferibili ai campioni nazionali/internazionali prodotti da Istituti Metrologici Primari o da ditte accreditate ISO 17025 e ISO Guide 34 per la produzione di materiali di riferimento. Tali campioni possono consistere di soluzioni liquide certificate o composti salini sotto forma solida.
La curva di riferimento si costruisce utilizzando almeno cinque soluzioni di riferimento ed una "di zero" (acqua deionizzata). L'intervallo di concentrazione delle soluzioni di riferimento dipende dai campioni da analizzare e deve includere concentrazioni più basse e più alte di quelle che si prevede di misurare. Tipicamente, soluzioni standard di taratura contenenti 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0 mg/L degli ioni da determinare sono adatti per l'analisi della maggior parte dei campioni prelevati nelle stazioni rurali. Per l'analisi dei campioni prelevati nelle stazioni urbane può rendersi necessario aggiungere un livello superiore di taratura, corrispondente a 50 mg/L, oppure effettuare la diluizione del campione con acqua deionizzata.
Le soluzioni di riferimento, preparate utilizzando contenitori in HDPE, devono essere conservate a temperatura <5°C e sono stabili per una settimana. Prima del loro utilizzo è necessario riportarle a temperatura ambiente.
La curva di riferimento dovrà soddisfare i seguenti requisiti:

- avere un coefficiente di correlazione superiore a 0,99;
- essere statisticamente passante per lo zero;
- i residui dovranno essere casualmente distribuiti;
- nessun punto della curva di taratura dovrà deviare dalla concentrazione nominale di una quantità superiore alla ripetibilità analitica calcolata per quel dato valore di concentrazione, ovvero dovrà essere rispettata la seguente relazione:

$$\delta_i / s_i \leq 1$$

dove:

δ_i = deviazione dell'i-esimo punto di taratura dalla retta di taratura

s_i = scarto tipo della ripetibilità analitica

6.3 Controlli di qualità

6.3.1 Bianco dei reagenti

Deve essere effettuato, per ogni serie di analisi, un controllo dei valori di bianco dei reagenti e dei materiali utilizzati (siringhe, filtri monouso, provette); le concentrazioni degli ioni devono risultare inferiori al limite di rivelabilità. In caso contrario, identificarne le cause ed effettuare le necessarie azioni correttive.

6.3.2 Bianco di laboratorio delle membrane filtranti

Deve essere valutato il livello di bianco di ogni lotto di membrane utilizzate per il campionamento della polvere atmosferica, analizzando un minimo di dieci membrane appartenenti al lotto di produzione in esame e sottraendo a tutti i risultati, per ogni ione, il valore medio del bianco così ottenuto, qualora risultasse superiore al limite di quantificazione.

6.3.3 Bianco di campo delle membrane filtranti

Eseguire un “bianco di campo” per ogni serie di 15 filtri posti in campionamento. I risultati delle analisi eseguite sui “bianchi di campo” non devono deviare significativamente dai valori dei bianchi di laboratorio, con un livello di probabilità del 95 %. In caso di deviazioni superiori, identificarne le cause ed effettuare le necessarie azioni correttive.

6.3.4 Ripetibilità analitica

Lo scarto tipo relativo (espresso come coefficiente di variazione percentuale), misurato su 10 replicati contenenti una quantità di analita corrispondente ad una concentrazione intermedia nell’intervallo di taratura, deve essere inferiore al 5 %. In caso di deviazioni superiori, identificarne le cause ed effettuare le necessarie azioni correttive.
La misura della ripetibilità analitica deve essere effettuata un volta per anno.

6.3.5 Ripetibilità della fase estrattiva

Eseguire, per ogni ione, un minimo di sette coppie di determinazioni, estraendo ed analizzando due porzioni equivalenti della stessa membrana. La differenza tra le misure (determinata con il test di Student per il confronto di due serie di dati appaiati) non deve essere significativamente diversa da zero, con un livello di probabilità del 95 %. Calcolare, per ogni ione, lo scarto tipo della ripetibilità della fase estrattiva sui 14 valori ottenuti; il risultato deve essere inferiore al 5 %. In caso di test di Student significativo e scarto tipo superiore al 5 %, devono essere identificate le cause delle deviazioni ed effettuate le necessarie azioni correttive.
La misura della ripetibilità della fase estrattiva deve essere effettuata un volta per anno.

6.3.6 Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità (m_{MDL}), espresso in µg, deve essere calcolato, per ogni analita, come 3 volte lo scarto tipo di *n* bianchi di laboratorio, in accordo alla seguente formula:

$$m_{MDL} = 3\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(\overline{m}_{blk} - m_{blk,i}\right)^2}{n-1}}$$

dove:

$\overline{m}_{blk}$ è il valore medio delle *n* misure di $m_{blk,i}$;

$m_{blk,i}$ è la massa di analita misurata sull'i-esimo filtro bianco, espressa in µg.

Ci si attende che questo limite risulti non superiore a 500 ng per membrana.

6.3.7 Limite di quantificazione

Il limite di quantificazione (m_{MQL}), espresso in µg, deve essere calcolato, per ogni analita, come 10 volte lo scarto tipo di *n* bianchi di laboratorio, in accordo alla seguente formula:

$$m_{MQL} = 10\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(\overline{m}_{blk} - m_{blk,i}\right)^2}{n-1}}$$

dove:

$\overline{m}_{blk}$ è il valore medio delle *n* misure di $m_{blk,i}$;

$m_{blk,i}$ è la massa di analita misurata sull'i-esimo filtro bianco, espressa in µg.

6.3.8 Carte di controllo

Scelta una concentrazione intermedia nell'intervallo di taratura, deve essere costruita una carta di controllo analizzando, all'inizio di ogni serie di misure, un campione di controllo e registrando il valore ottenuto. Il campione di controllo deve essere costituito da una soluzione di riferimento con differente catena di riferibilità ai campioni nazionali/internazionali rispetto alle soluzioni di riferimento con cui è stata costruita la curva di taratura.

6.4 Calcolo dei risultati

La concentrazione di massa degli anioni e dei cationi è calcolata secondo la seguente equazione:

$$\gamma_{amb} = m_{ion} / V_{amb} \qquad [1]$$

dove:

γ_{amb} è la concentrazione di massa dello ione nell'aria ambiente, espressa in µg/m^3

m_{ion} è la massa dello ione sulla membrana campionata, corretta per il valore di bianco di membrana, espressa in µg

V_{amb} è il volume di aria ambiente campionato, espresso in m^3 (a temperatura e pressione ambiente).

La massa m_{ion} è calcolata secondo la seguente equazione:

$$m_{ion} = m_{ext}\, x_{ext} \qquad [2]$$

dove:

m_{ext} è la massa di soluzione estraente, espressa in g

x_{ext} è la frazione di massa dell'anione o del catione nell'estratto, corretta per il valore di bianco di membrana, espressa in µg/g

La frazione di massa x_{ext} è calcolata secondo la seguente equazione:

$$x_{ext} = (I_{sam} - I_{blk}) / V_{cal} \qquad [3]$$

dove:

I_{sam} è l'area cromatografica del picco attribuibile allo ione nell'analisi della membrana campionata

I_{blk} è l'area cromatografica media del picco attribuibile allo ione nell'analisi dei filtri bianchi

V_{cal} è la pendenza della curva di taratura, espressa in g/µg.

La formula indicata è valida se si utilizza la stessa quantità di soluzione estraente (espressa in massa) sia per i filtri campionati che per i filtri bianchi. In caso contrario, si deve inserire un fattore correttivo che tenga conto della differente quantità utilizzata.

6.5 Incertezza di misura

Le equazioni [1], [2] e [3] possono essere combinate ottenendo la seguente equazione:

$$\gamma_{amb} = \frac{m_{ext}\left(I_{sam} - I_{blk}\right)}{V_{amb}\, v_{cal}} \qquad [4]$$

La stima dell'incertezza di ogni singola misura può essere calcolata seguendo le indicazioni riportate nella norma ISO GUM (Guida all’espressione dell’incertezza di misura). Il calcolo fornisce l’incertezza tipo composta relativa per la misura della concentrazione di massa dell’analita $u_c(\gamma_{amb}) / \gamma_{amb}$:

$$\frac{u_c(\gamma_{amb})}{\gamma_{amb}} = \sqrt{\frac{u^2(m_{ext})}{m_{ext}^2} + \frac{u^2(I_{sam}) + u^2(I_{blk})}{\left(I_{sam} - I_{blk}\right)} + \frac{u^2(V_{amb})}{V_{amb}^2} + \frac{u^2(V_{cal})}{V_{cal}^2}} \qquad [5]$$

dove *u(x)* è l'incertezza standard stimata di *x*.

L'incertezza estesa relativa, U_r, dei risultati della misura può essere calcolata come segue:

$$U_r = k\frac{u_c(\gamma_{amb})}{\gamma_{amb}}$$

dove *k* è il fattore di copertura, in genere pari a 2 per un livello di confidenza del 95 %.

Un esempio su come calcolare i diversi contributi all’incertezza di misura è riportato nell’allegato C della norma CEN/TR 16269:2011.

6.6 Artefatti e interferenze

La qualità dei risultati può essere influenzata da artefatti di campionamento e da interferenze analitiche.

Durante la fase di campionamento è possibile che si verifichino perdite di materiale particellare sulle pareti della linea di campionamento, adsorbimento di specie inorganiche gassose (es. SO_2, NH_3, HNO_3) sulla membrana e sul materiale particellare depositato su di essa, rilascio di componenti semi-volatili (prevalentemente sali di ammonio) dal materiale campionato in conseguenza delle variazioni dell’equilibrio gas-particella che possono verificarsi durante il campionamento.

Al momento non è possibile fornire indicazioni specifiche per eliminare completamente questi artefatti; tuttavia, indicazioni utili per il loro contenimento possono essere reperite nella norma UNI EN 14907:2005.

NOTA: In accordo con il protocollo EMEP, una misura accurata delle specie ioniche in atmosfera si ottiene usando linee di campionamento composte da più denuders di diffusione seguiti da un filter-pack. Utilizzando tali sistemi le specie gassose (HCl, HNO_2, HNO_3, SO_2, NH_3) vengono trattenute sui denuders, ricoperti con adeguati strati reattivi per la/le specie di interesse e posti in serie. Le specie in fase particellare, invece, attraversano inalterate i denuders e vengono campionate sul filter-pack, posto a valle. Il filter-pack è composto da una prima membrana, generalmente in

teflon, per la raccolta del materiale particellare, e due membrane di back-up, generalmente di carta con ricoprimento l'uno acido (es.: acido fosforoso) e l'altro basico (es.: carbonato di sodio), per il campionamento delle specie rispettivamente alcaline ed acide rilasciate dalla prima membrana.

Durante la fase di analisi, possibili interferenze possono essere generate da specie ioniche con un tempo di ritenzione simile a quello dello ione di interesse. Tuttavia, gli estratti dei filtri campionati in aria ambiente in genere non contengono interferenti di questo tipo.
In alcuni sistemi, il picco negativo dell'acqua all'inizio del cromatogramma può interferire con la determinazione dello ione cloruro. Ciò può essere evitato aggiungendo una piccola quantità di eluente concentrato alle soluzioni standard e a tutti i campioni, fino ad eguagliare la concentrazione dell'eluente.
Nell'analisi di campioni prelevati in siti costieri, le alte concentrazioni di sodio possono provocare interferenze nella determinazione dello ione ammonio; in questi siti è consigliabile valutare con oculatezza le prestazioni della colonna cromatografica prescelta.

7. ANALISI DI CARBONIO ELEMENTARE E CARBONIO ORGANICO

7.1 Attrezzatura

7.1.1 Apparecchiature e materiali di laboratorio

- gas ad elevata purezza, a basso contenuto di umidità: elio con purezza minima 99,999 % in volume, idrogeno con purezza minima 99,997 % in volume;
- gas di riferimento (es.: 5 % metano in elio) per la taratura automatica dell'analizzatore;
- soluzioni di riferimento di saccarosio preparate in modo da coprire l'intervallo di concentrazione atteso per i campioni (tipicamente, 0,4 – 4 μgC/μL)
- fustella di precisione in acciaio;
- pinzette in acciaio per la manipolazione del campione;
- superficie pulita per l'utilizzo della fustella (foglio in alluminio);
- siringa analitica (volume: 10 μL) per la calibrazione con la soluzione di riferimento;
- forno ad alta temperatura per il pretrattamento delle membrane filtranti.

7.1.2 Strumentazione

Analizzatore termo-ottico che consente la ripartizione tra EC ed OC mediante correzione ottica del *charring* (pirolisi), usando la trasmittanza e/o la riflettenza del campione. Devono essere utilizzati analizzatori che consentono la correzione ottica mediante entrambi i metodi.

7.2 Procedura di analisi

7.2.1 Pretrattamento delle membrane

Le membrane utilizzate per il campionamento della polvere atmosferica sono soggette all'adsorbimento di vapori organici; per questo motivo, prima dell'utilizzo esse vanno pre-trattate in forno, alla temperatura di circa 500 °C, per 3 ore.
Dopo il pre-trattamento le membrane devono essere conservate in scatoline poste in un contenitore chiuso fino al momento del loro utilizzo, che deve avvenire entro 4 settimane.

7.2.2 Analisi

Disporre la membrana campionata su una superficie pulita (es.: un foglio di alluminio). Prelevare, mediante la fustella in acciaio, una porzione della membrana pari a 1 cm^2 oppure 1,5 cm^2 ed inserirla all'interno del forno dello strumento di analisi, poggiandola sull'apposito supporto in quarzo.

Il campione viene quindi sottoposto a due successive fasi di analisi.

Durante la prima fase, condotta in atmosfera inerte (elio), la temperatura del forno viene aumentata fino a raggiungere 870 °C (la temperatura raggiunta durante questa fase può variare, a seconda del protocollo seguito, fra 550 e 900 °C). L'OC presente nel campione viene rilasciato dalla membrana e rimosso dal gas di trasporto; una parte di esso subisce un processo di pirolisi.

Nella seconda fase il forno viene raffreddato e quindi riscaldato nuovamente in atmosfera ossidante (nel gas di trasporto viene aggiunto 5-10 % di ossigeno) fino a circa 900 °C. In questa fase vengono rilasciati dalla membrana l'EC ed il carbonio pirolitico (PyC) prodotto nella fase precedente.

Tutte le specie rilasciate dalla membrana durante le due fasi di analisi vengono in contatto con biossido di manganese ed ossidate a CO_2. La CO_2 prodotta può essere analizzata direttamente mediante rivelatori NDIR oppure può essere ridotta a metano ed essere successivamente determinata mediante un rivelatore a ionizzazione di fiamma (FID).

NOTA: Nella comunità scientifica vengono attualmente utilizzati 4 diversi protocolli termici per il riscaldamento del campione: NIOSH-like (QUARTZ), NIOSH 5040, IMPROVE ed EUSAAR-2. Questi protocolli differiscono soprattutto nel valore massimo della temperatura della prima fase: IMPROVE (utilizzato negli USA) ed EUSAAR-2 (utilizzato in Europa) sono protocolli a temperatura medio-bassa, in cui la prima fase termina a 550 °C (IMPROVE) o a 650 °C (EUSAAR-2), mentre i due protocolli NIOSH terminano la prima fase a 870 °C (QUARTZ) o a 850 °C (NIOSH 5040). Altre differenze fra i protocolli riguardano il numero, la temperatura e la durata dei vari steps della seconda fase. In particolare, nel protocollo IMPROVE ogni innalzamento di temperatura avviene solo dopo che il segnale generato alla temperatura precedente è ritornato a zero.

In generale, i protocolli a temperatura medio-bassa determinano concentrazioni di EC superiori a quelle risultanti dall'utilizzo dei protocolli ad alta temperatura. Ciò può essere dovuto ad una non completa evoluzione di OC nella prima fase dei protocolli a medio-bassa temperatura (sottostima di OC, che porta ad una sovrastima di EC), oppure ad un effetto di pre-combustione dell'EC nei protocolli ad alta temperatura (sottostima di EC e conseguente sovrastima di OC). La pre-combustione dell'EC può essere dovuta alla presenza di impurezze di ossigeno nel gas di trasporto o al rilascio di ossigeno da parte di ossidi di metalli presenti nel campione. Lavori sperimentali effettuati rimuovendo, mediante lavaggio, alcune componenti idrosolubili responsabili della pre-combustione hanno mostrato che questa procedura porta ad un miglioramento nell'accordo fra i diversi protocolli e ad un aumento della frazione di EC rispetto ai campioni non trattati. Questi risultati confermano la presenza dell'effetto di pre-combustione nei protocolli ad alta temperatura.

Tuttavia, nei campioni prelevati in alcuni siti urbani è stata dimostrata anche la presenza di specie organiche refrattarie non assorbenti, che possono portare ad una sovrastima delle concentrazioni di EC qualora esse non evolvano nella prima fase dell'analisi, circostanza che si verifica nei protocolli a medio-bassa temperatura (EUSAAR-2 e IMPROVE). In pratica, in queste condizioni l'EC determinato dai protocolli a temperatura medio-bassa coincide con la somma di EC e OC4 (ultimo step della prima fase di analisi) determinati con i protocolli a temperatura alta. Le specie organiche refrattarie responsabili di questo effetto sono probabilmente di tipo organico (humic-like substances), di origine biogenica oppure generate durante la combustione di biomasse. Poiché la combustione di biomasse per riscaldamento domestico sta assumendo un'importanza crescente nel nostro Paese, i protocolli a medio-bassa temperatura risultano, in prospettiva, inadeguati ad una corretta determinazione dell'EC, che in queste condizioni risulterebbe sensibilmente sovrastimato.

Il protocollo termico che risulta più adatto all'utilizzo nell'ambito di reti dove coesistano stazioni di fondo e stazioni urbane è il protocollo "NIOSH quartz". Il protocollo EUSAAR-2, che è stato proposto come standard per i siti di fondo regionali europei, sembra inadeguato all'utilizzo nei siti urbani, per la sua incapacità di attribuire correttamente le specie organiche refrattarie. Data la notevole differenza di concentrazione fra EC ed OC che esiste nel particolato ambientale, è da considerare che i possibili problemi di sottostima per pre-combustione dell'EC presentati dal protocollo "NIOSH quartz" conducono ad un errore inferiore a quello che sarebbe causato dalla sovrastima di EC dovuta alla non completa evoluzione di OC nella prima fase dell'analisi nei protocolli a bassa temperatura.

Per una corretta attribuzione ad OC e non ad EC del carbonio generato piroliticamente durante l'analisi, viene utilizzato un laser; la radiazione luminosa emessa da questo è impiegata per determinare in continuo la trasmittanza o la riflettanza della porzione di membrana sottoposta ad analisi. A seguito della formazione di carbonio pirolitico, la trasmittanza o riflettanza della membrana varia; determinando la quantità di carbonio elementare che è necessaria a riportare la trasmittanza o riflettanza ad un valore pari a quello iniziale, è possibile effettuare la correzione. Poiché l'utilizzo della riflettanza o della trasmittanza può generare risultati diversi nella determinazione del punto di divisione fra OC ed EC, si raccomanda di utilizzare entrambi i sistemi e di archiviare entrambi i risultati ottenuti.

NOTA: L'utilizzo del laser per la correzione del charring presuppone che durante la seconda fase il carbonio generato piroliticamente venga ossidato prima del carbonio elementare, e che PyC ed EC assorbano o riflettano la luce, per unità di massa, con la stessa intensità, condizioni non sempre verificate.

NOTA: Un ulteriore problema è legato al'utilizzo della radiazione emessa dal laser per la valutazione del PyC. E' stato infatti verificato che il segnale di attenuazione della radiazione è lineare solo fino a quantità di EC pari a 15 µg/cm^2 (coefficiente specifico pari a 20 m^2/g); per quantità superiori di materiale assorbente la modulazione del segnale laser viene persa (saturazione) e la determinazione di EC diviene affetta da un errore importante, indipendentemente dal protocollo termico utilizzato.
Ciò implica che in ambiente urbano le misure di EC ed OC effettuate campionando membrane da 47 mm di diametro alla portata di 2,3 m^3/h, secondo quanto imposto dalla norma UNI EN 12341, possono risultare frequentemente inaffidabili (in queste condizioni il limite di 15 µg/cm^2 corrisponde ad una concentrazione di poco più di 3 µg/m^3).
Per ovviare a questo problema si suggerisce, ove possibile, di effettuare la misura di EC ed OC su membrane prelevate utilizzando campionatori dedicati. E' possibile utilizzare campionatori dotati di opzione "duty cycle", attivando il campionamento per 10 minuti ogni ora, o, in alternativa, effettuare almeno tre campionamenti della durata di 8 ore per ogni giorno di misura.

Le analisi devono essere effettuate secondo il protocollo "NIOSH quartz", che prevede quattro fasi con gas di trasporto inerte, una fase di raffreddamento e cinque fasi in atmosfera ossidante. La temperatura e la durata di ogni fase sono riportati in Tabella.

Protocollo NIOSH-quartz		
FASE	temperatura (°C)	durata (s)
He 1	310	60-80
He 2	475	60
He 3	615	60
He 4	870	90
He	Raffreddamento	50
He/O_2 1	550	45-60
He/O_2 2	625-650	45-60
He/O_2 3	700	45-60
He/O_2 4	770-775	45-60
He/O_2 5	870-890	110-165

Il limite di rivelabilità della tecnica è dell'ordine di 0,2 µgC/cm^2, sia per EC che per OC. Per il carbonio organico, il limite di rivelabilità si riferisce a filtri pre-trattati termicamente per rimuovere le specie organiche adsorbite; i filtri non trattati possono contenere quantità di OC pari a 2-5 µgC/cm^2, il che innalza il limite di rivelabilità di almeno un ordine di grandezza.
L'intervallo ottimale di misura è compreso fra 5 e 400 µg/cm^2 per OC e 1-15 µg/cm^2 per EC.

Poiché le maggiori incertezze legate all'impiego dell'analisi termo-ottica sono legate alla distinzione fra OC ed EC mentre la determinazione del materiale carbonioso totale (TC) risulta molto più accurata delle due determinazioni distinte, devono essere effettuate ed archiviate sia le misure di TC che quelle di OC ed EC.

7.2.3 *Taratura*
La taratura dello strumento con riferimento interno (metano) viene effettuata automaticamente dopo ogni corsa analitica. Ciò permette di correggere eventuali derive nella risposta del rivelatore.
Per la taratura con riferimento esterno preparare una soluzione di saccarosio, dissolvendo 9,5 g di saccarosio in 100 mL di acqua ultrapura. Questa soluzione, che ha una concentrazione di 40 µgC/µL, deve essere conservata alla temperatura di 4 °C ed è stabile per 6 mesi. Per la preparazione del riferimento esterno, diluire la soluzione di saccarosio con acqua ultrapura. Ad esempio, una diluizione 1:10 consente di ottenere un riferimento con concentrazione di 4 µgC/µL.
Prelevare una porzione di una membrana filtrante in quarzo pulita pari a 1 cm^2 o 1,5 cm^2 ed inserirla, utilizzando le pinzette, all'interno del forno dello strumento di analisi, sull'apposito supporto in quarzo. Effettuare un normale ciclo di analisi. Al termine, aprire il forno ed estrarre parzialmente il supporto in quarzo, esponendo la porzione di membrana. Utilizzando una siringa analitica, depositare 10 µL della soluzione di riferimento di saccarosio sulla porzione di membrana. Chiudere il forno ed attendere che il filtro si asciughi (10-20 minuti), controllando che la pressione del forno rientri nell'intervallo 0,5 - 4 psi. Procedere all'analisi del campione. Paragonare il risultato dell'analisi con la quantità attesa. Se la differenza supera il 10 % o 0,5 µg C/cm^2 (se il 10 % dal valore atteso è inferiore a 0,5 µg C/cm^2) effettuare una delle seguenti azioni:

- ripetere l'analisi del riferimento esterno;
- preparare una nuova soluzione di riferimento;
- modificare la costante di calibrazione dello strumento.

7.3 Controlli di qualità

7.3.1 Bianco di laboratorio delle membrane filtranti
Per ogni lotto di membrane usate per il campionamento, devono essere effettuati, dopo il pre-trattamento ad alta temperatura, controlli dei valori di bianco, utilizzando 10 membrane per ogni lotto di produzione. Il valore medio del bianco così ottenuto deve risultare inferiore al limite di quantificazione.

7.3.2 Bianco di campo delle membrane filtranti
Eseguire un "bianco di campo" per ogni serie di 15 filtri; i risultati delle analisi eseguite sui "bianchi di campo" devono essere inferiori a 5 µgC/cm^2; in caso di valori superiori, identificarne le cause ed effettuare le necessarie azioni correttive.

7.3.3 Taratura mediante riferimento esterno
Deve essere effettuato giornalmente il controllo della taratura mediante soluzione di riferimento esterna (soluzione di saccarosio); i risultati non devono differire di più del 10 % dal valore atteso (o di più di 0,5 µg C/cm^2, se il 10 % dal valore atteso è inferiore a 0,5 µg C/cm^2).

7.3.4 *Ripetibilità analitica*

Lo scarto tipo relativo (espresso come coefficiente di variazione percentuale), misurato su 10 porzioni di membrana su cui è stata depositata la soluzione di riferimento esterna in concentrazione paragonabile a quella attesa per i campioni, deve essere inferiore al 5 %.

7.3.5 *Limite di rivelabilità*

Il limite di rilevabilità dello strumento deve essere pari a 0,2 µg C/cm^2.

7.3.6 *Limite di quantificazione*

E' la concentrazione minima di analita alla quale la ripetibilità uguaglia quella massima accettabile (5 %); ci si attende che questo limite risulti dell'ordine di 5-10 µg C per membrana.

7.4 Calcolo dei risultati

La concentrazione di massa del carbonio elementare e del carbonio organico è calcolata secondo la seguente equazione:

$$C_{amb} = B\ a / V_{amb}$$

dove:

C_{amb} è la concentrazione di massa del carbonio nell'aria ambiente, espressa in µg/m^3

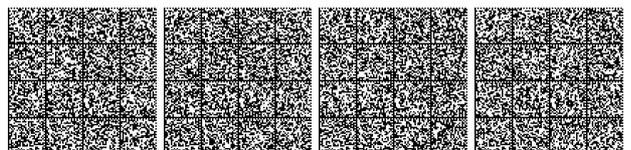
B è il valore di carbonio misurato sulla porzione di membrana analizzata, espressa in µg C/cm^2

a è il valore dell'area della superficie campionata della membrana filtrante, espressa in cm^2

V_{amb} è il volume di aria ambiente campionato, espresso in m^3 (a temperatura e pressione ambiente).

7.5 Artefatti e interferenze

Nell'applicazione del metodo va tenuto conto dell'esistenza di alcuni possibili problemi ed artefatti che possono inficiare l'accuratezza delle concentrazioni di EC e OC:

- perdita di specie organiche semi-volatili durante la fase di campionamento;
- adsorbimento di specie organiche durante la fase di campionamento;
- reazioni chimiche fra le specie campionate o fra le specie campionate e la matrice della membrana, che possono portare a perdita o produzione di specie organiche durante la fase di campionamento;
- adsorbimento o rilascio di specie organiche durante le fasi di trasferimento e di conservazione dei campioni;
- reazioni fra le specie campionate durante la fase di analisi, che possono influenzare la suddivisione fra EC ed OC;
- presenza di carbonio inorganico nel campione (prevalentemente carbonati, contenuti quasi esclusivamente nella frazione grossolana delle polveri e quindi di interesse per la misura del PM10), che decompone nell'intervallo di temperatura 450-650 °C e che può essere conteggiato come OC o come EC a seconda del protocollo termico considerato (nel protocollo "NIOSH quartz", viene conteggiato come OC);
- reazioni catalitiche o altre reazioni che avvengono durante l'analisi e che possono influenzare il punto di divisione fra OC ed EC.

Bibliografia:

1. Comparison of IMPROVE and NIOSH carbon measurements. Aeroso/ Sci. Technol.34(1)'.23-34
2. D. lgs 13 agosto 2010, n. 155. Attuazione della direttiva 2008/50/CE relativa alla qualità dell'aria ambiente e per un'aria più pulita in Europa. Gazzetta Ufficiale n. 216 del 15 settembre 2010.
3. EN 12341:2001, Air Quality – Determination of the PM10 fraction of suspended particulate matter – Reference method and field test procedure to demonstrate equivalence of measurement methods.
4. EUSAAR_2 protocol: Cavalli F, Putaud J, Viana M, Yttri K, Genberg J. Toward a Standardised Thermal-Optical Protocol for Measuring Atmospheric Organic and Elemental Carbon: The EUSAAR Protocol.Atmospheric Measurement Techniques 3 (1); p. 79-89, 2010
5. FD CEN/TR 16269.2011, Ambient air quality - Guide for the measurement of anions and cations in PMz.s
6. FD CEN/TR 16243.2011, Ambient air quality - Guide for the measurement of elemental carbon (EC) and organic carbon (OC) deposited on filters
7. "Guide to the demonstration of equivalence of ambient air monitoring methods". EC Working group on Guidance for the demonstration of Equivalence. January 2010
8. IMPROVE protocol: Chow, J.C., Watson, J.G., Crow, D., Lowenthal, D.H. and Merrifield, T. (2001)
9. ISO/IEC Guide 98-3:2008 Uncertainty of measurement . Part 3: guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)
10. NIOSH/STN protocol: Peterson, M.R. and Richards, M.H. (2002), Thermal-optical-transmittance anatysis for organic, elemental, carbonate, total carbon, and OCX2 in PM2s by the EPNNIOSH method (Session 5,Paper #83). Presentation at the Symposium on Air Quality Measurement Methods and Technology in San Francisco, CA, Nov., 2002. Air & Waste Management Association, Pittsburgh, PA. This protocol is also described in Watson et al., Aerosol and Air Quality Research, Vol. 5, 65-102, 2005
11. UNI EN 14907:2005. Qualità dell'aria ambiente – Metodo normalizzato di misurazione gravimetrico per la determinazione della frazione massica $PM_{2,5}$ del particolato in sospensione

ALLEGATO II

Metodo di campionamento e di analisi per la misura delle concentrazioni degli idrocarburi policiclici aromatici diversi dal benzo(a)pirene

1. Finalità

Il presente allegato descrive una procedura analitica atta alla determinazione dei seguenti idrocarburi policiclici aromatici (IPA) in fase particolata nell'aria ambiente: benz[*a*]antracene, benzo[*b*]fluorantene, benzo[*j*]fluorantene, benzo[*k*]fluorantene, benzo[*a*]pirene, dibenz[*a,h*]antracene, indeno[1,2,3-*cd*]pirene.
In linea di principio, il metodo è applicabile anche ad altri IPA presenti in aria in fase particellare, non citati nella normativa e tuttavia riconosciuti mutageni e/o cancerogeni. Tra di essi, speciale importanza hanno i congeneri con 4-5 anelli e con caratteristiche chimico-fisiche simili a quelle dei suddetti sette IPA (p.es., il metodo può essere applicato per la stima del crisene e del benzo[ghi]perilene). In tale prospettiva, per la valutazione dell'incertezza si fa riferimento alla norma ENV 13005:1999 (*Guide to expression of uncertainty in measurements*), mentre il soddisfacimento degli altri requisiti (efficienza di recupero, limite di rivelabilità, controllo di qualità) dovrà essere dimostrato con la convalida per l'estensione del metodo agli ulteriori analiti (rif. Guida EURACHEM *The fitness for purpose of analytical methods*).
Nel testo che segue, con la locuzione "IPA cancerogeni" o semplicemente con "IPA" si devono intendere i sette congeneri di cui al primo paragrafo.
Il metodo è stato redatto sulla base della norma UNI EN 15549:2008 [1] modificata dove necessario per inserire nella valutazione, oltre al benzo[*a*]pirene, gli altri sei IPA sopra citati. Il metodo è utilizzabile nell'ambito dell'applicazione del D.Lgs. 13 agosto 2010, n. 155 [2].

Le caratteristiche di qualità del metodo di misura descritto sono basate su campionamenti di polveri sospese protratti per 24 h. Il metodo è costituito da una sequenza di più azioni principali, comprendendo: *a)* la raccolta degli IPA atmosferici come parte delle polveri toraciche (PM10), applicando sistemi che soddisfino i requisiti della norma UNI EN 12341:2001; *b)* l'estrazione del campione dal substrato, *c)* l'analisi chimica strumentale operata per cromatografia liquida ad alta pressione accoppiata alla rivelazione per fluorescenza (HPLC-FLD) oppure per gascromatografia capillare accoppiata alla spettrometria di massa (GC-MSD); tra le azioni *b)* e *c)* è spesso operata, in special modo per l'analisi strumentale condotta per GC-MSD, la purificazione dell'estratto organico, per eliminare la gran parte degli interferenti analitici. Poiché la quantità di campione analitico, a parità d'altre condizioni, è proporzionale alla velocità del flusso di campionamento delle polveri sospese, ai fini della misura può essere opportuno il raggruppamento di campioni quotidiani su base settimanale, quindicinale o mensile e valutare il contenuto medio degli IPA (e i corrispettivi rapporti di concentrazione) per l'intero periodo considerato. L'operazione non inficia le misure, ai fini della normativa sopra citata.
Il metodo è applicabile per misure di IPA le cui concentrazioni ricadano in un campo compreso tra ~0,02 ng/m^3 e ~20 ng/m^3 . Il limite inferiore del campo d'applicazione dipende dalle condizioni

sperimentali di campo e di laboratorio (p.es., flusso d'aspirazione del campionatore di polveri, risposta strumentale dello strumento analitico, intensità del rapporto segnale/rumore, intensità dei segnali di bianco-filtro di laboratorio). D'altro canto, se le concentrazioni degli IPA eccedono il valore superiore dell'intervallo di taratura dello strumento, l'estratto organico può essere diluito con opportuno solvente.

2. Termini e definizioni

Per gli scopi di questo metodo si applicano i seguenti termini e definizioni.

2.1 analita

Sostanza oggetto d'indagine quali/quantitativa. Nel nostro caso, congenere IPA la cui presenza nel substrato deve essere confermata e quantificata.

2.2 soluzione di taratura

Soluzione usata per tarare lo strumento d'analisi chimica, contenente gli analiti d'interesse a concentrazioni opportune, preparata per diluizione di una soluzione madre di *riferimento* (IPA al massimo grado di purezza possibile).

2.3 materiale di riferimento certificato (CRM)

Materiale di riferimento di cui una o più proprietà (p.es., il contenuto di alcune sostanze chimiche) sono certificate da una procedura tecnica valida, accompagnata da/riconducibile a un certificato ovvero altra documentazione rilasciata da un ente certificatore.

2.4 soluzione di riferimento esterni

Soluzione di analiti a concentrazioni note.

2.5 filtro bianco di campo

Filtro o membrana di raccolta per le polveri, che è stato sottoposto alla stessa procedura applicata ai campioni di polveri atmosferiche, ma attraverso il quale non è stata fatta passare aria ambiente.

2.6 soluzione di riferimento interno/i

Soluzione di una o più sostanze note a concentrazioni prestabilite, aggiunte al campione prima dell'analisi strumentale (cromatografica).

Una sola soluzione di riferimento interno sembra necessaria quando si opera in HPLC/FLD; qualora l'analisi strumentale sia eseguita in GC/MSD, si consiglia l'uso di almeno due soluzioni di riferimento interne che eluiscono in porzioni distinte del cromatogramma, al fine di tenere conto della diversa volatilità degli analiti.

2.7 filtro bianco di laboratorio

Filtro (o membrana filtrante) non trasportato al di fuori del laboratorio, che è sottoposto alla medesima procedura analitica utilizzata per il campione ambientale.

2.8 PM10

Materiale particolato che penetra attraverso un ingresso dimensionale selettivo conforme al metodo di riferimento per il campionamento e la misurazione del PM10 (norma UNI EN 12341), con

un'efficienza di penetrazione del 50 per cento per materiale particolato di diametro aerodinamico pari a 10 μm. [3]

2.9 soluzione di bianco reagenti
Soluzione che contiene tutti i reagenti utilizzati nel corso dell'analisi del campione, escludendo il campione medesimo e la matrice del filtro. [normativa EN 14902:2005] [4]

2.10 soluzione madre di riferimento
Soluzione usata per preparare le soluzioni di taratura, contenente gli analiti ognuno a una concentrazione riconducibile a campioni nazionali o internazionali (riferibilità).

2.11 soluzione di riferimento surrogato/i
Soluzione di una o più sostanze note e a concentrazione nota, usata per fortificare i filtri-membrana prima dell'estrazione, al fine di valutare l'efficienza di recupero della procedura.
L'uso di una sola sostanza è indispensabile, tuttavia per la GC/MSD generalmente essa non è sufficiente per minimizzare la variabilità di risposta relativa del sistema analitico verso le sostanze, conseguente dalla differenza di volatilità (o di tensione di vapore a condizioni normali) dei sette IPA considerati. Infatti, per qualunque combinazione strumentale si opti, in specie riguardo al dispositivo iniettore, la frazione di analita trasferita alla colonna separativa cambia considerevolmente da composto a composto e anche da una corsa analitica all'altra, in ragione della volatilità: le risposte relative risultano ragionevolmente costanti solo per sostanze eluite entro una finestra temporale di pochi minuti. Pertanto, si consiglia l'uso di tre soluzioni di riferimento surrogate, uno in corrispondenza del benz[a]antracene, un secondo per la regione dei benzofluoranteni e del benzo[a]pirene, e il terzo per l'indeno[1,2,3-cd]pirene e il dibenz[a,h]antracene.

2.12 valore obiettivo
Livello fissato al fine di evitare, prevenire o ridurre effetti nocivi per la salute umana o per l'ambiente nel suo complesso, da conseguire, ove possibile, entro una data prestabilita.

2.13 incertezza (di misura)
Parametro associato al risultato d'una misura, che ne caratterizza la dispersione dei valori ragionevolmente attribuibile all'elemento o grandezza da misurare. [ENV 13005:1999]

3. Simboli e abbreviazioni

3.1 Simboli

a_i pendenza della funzione di taratura (*slope* della retta di proporzionalità quantità/segnale) per l'IPA *i*-esimo;

$A_{C,i}$ area o l'altezza del picco cromatografico dell'IPA per l'IPA *i*-esimo, ovvero del suo ione caratteristico nel cromatogramma della soluzione di taratura;

$A_{E,i}$ area o l'altezza del picco cromatografico dell'IPA per l'IPA *i*-esimo, ovvero del suo ione caratteristico nel cromatogramma dell'estratto organico del campione di polveri atmosferiche;

A_{IS} area o l'altezza del picco cromatografico del riferimento interno ovvero del suo ione caratteristico nel cromatogramma della soluzione di taratura;

A_{ISE} area o l'altezza del picco cromatografico del riferimento interno ovvero del suo ione caratteristico nel cromatogramma dell'estratto organico del campione di polveri atmosferiche;
b_i intercetta della funzione di taratura lineare per l'IPA *i*-esimo;
C_i concentrazione di un IPA nell'aria ambiente, espresso in ng/m³;
D_C limite di rivelabilità di una sostanza, espresso in ng/m³;
$D_{M,i}$ limite assoluto di rivelazione d'una sostanza contenuta in un campione, espresso in ng;
f_i fattore di risposta (del rivelatore) tipico di un IPA *i*-esimo oggetto d'indagine;
$[m]_i$ valore medio di IPA *i*-esimo presente nei bianchi di filtro di laboratorio, espresso in ng;
$m_{C,i}$ massa (quantità) dell'IPA *i*-esimo contenuta nella soluzione di taratura, espressa in ng;
$m_{E,i}$ massa (quantità) dell'IPA *i*-esimo contenuta nell'estratto del campione, espressa in ng;
$m_{F,i}$ massa (quantità) dell'IPA *i*-esimo contenuta nel campione raccolto su filtro, espressa in ng;
$m_{i,j}$ bianco di filtro individuale, espresso in ng dell'IPA *i*-esimo;
m_{IS} massa (quantità) di riferimento interno contenuta nella soluzione di taratura, espressa in ng;
m_{ISE} massa (quantità) di riferimento interno contenuta nell'estratto del campione, espressa in ng;
m_{SSE} massa (quantità) di riferimento surrogato nell'estratto del campione, espressa in ng;
m_{SSF} massa (quantità) di riferimento surrogato aggiunta al campione raccolto su filtro, espressa in ng;
m/z rapporto massa/carica per un dato ione (p.es., uno ione-frammento di un IPA);
n numero di filtri analizzati;
R efficienza di recupero di IPA espressa in termini percentuali (%);
R_s risoluzione del picco cromatografico d'interesse da picchi prossimi;
S_{lfb} scarto tipo dei bianchi di filtro di laboratorio, in ng;
$t_{n-1;0,95}$ fattore *t di Student* valido per *n* misure, con un intervallo di confidenza del 95%;
t_{R1} tempo di ritenzione del picco cromatografico *1*, espresso in min;
t_{R2} tempo di ritenzione del picco cromatografico *2*, espresso in min;
V_E volume dell'estratto organico del filtro, in ml;
V volume dell'aria campionata (aspirate attraverso il filtro di raccolta delle polveri), in m^3;
V_n volume nominale di campionamento giornaliero delle polveri sospese, in m³;
w_1 ampiezza del picco cromatografico *1*, in min;
w_2 ampiezza del picco cromatografico *2*, in min;
X_a frazione di massa misurata di IPA, in mg/kg;
X_{ca} frazione di massa certificata di IPA, in mg/kg.

3.2 Abbreviazioni

BaA benz[a]antracene
BbF benzo[b]fluorantene
BjF benzo[j]fluorantene
BkF benzo[k]fluorantene
BFs benzofluoranteni (somma d'isomeri)
BPE benzo[ghi]perilene
B*a*P benzo[*a*]pirene
BeP benzo[e]pirene
CH crisene
CRM materiale di riferimento certificato (*Certified Reference Material*)
DAD rivelatore per assorbimento UV di tipo "diode array" (utilizzato in HPLC)
DBacA dibenz[a,c]antracene
DBahA dibenz[a,h]antracene
DBajA dibenz[a,j]antracene
FLD rivelatore a fluorescenza (utilizzato in HPLC)
GC gascromatografia

HPLC	cromatografia liquida ad alta pressione (o ad alte prestazioni)
IP	indeno[1,2,3-cd]pirene
IPA	idrocarburi policiclici aromatici (indicati anche come PAHs)
MS	spettrometria di massa (tecnica di rivelazione associabile sia alla GC, sia all'HPLC)
MSD	rivelatore spettrometrico di massa
PE	perilene
TR	trifenilene

4 Principio del metodo

Il metodo consta di due sezioni principali, il campionamento delle polveri sospese operato sul campo e l'analisi chimica di laboratorio.
Durante il campionamento, le particelle sospese sono raccolte su un filtro aspirando un volume d'aria noto attraverso di esso, utilizzando uno dei sistemi "campionatori" tra quelli descritti nella norma UNI EN 12341:2001. È possibile adottare sistemi di campionamento di polveri diversi (p.es. per la portata o per disegno dell'impattore inerziale per separare le particelle sospese) previa dimostrazione dell'equivalenza al metodo di riferimento eseguita in accordo all'allegato VI del D.Lgs. 13 agosto 2010, n. 155 [2].
L'intervallo del singolo campionamento è pari a 24 ore. Sistemi d'aspirazione e raccolta sequenziali possono conservare il campione, al buio in contenitori non in contatto con l'aria esterna e a temperature non superiori a 20°C, per non più di quindici giorni. Dopodiché il filtro è sigillato, trasportato in laboratorio d'analisi e conservato al buio, a temperature non superiori a 20°C). Gli IPA sono estratti dal substrato mediante solvente organico e sottoposti ad analisi chimica strumentale, entro i successivi 15 gg, se mantenuti a temperatura ambiente (il tempo di conservazione può essere prolungato se i campioni sono conservati in frigorifero o congelatore: Nota). Qualora necessario (in ragione della procedura prescelta per l'identificazione e quantificazione), l'estratto è purificato per eliminare le possibili interferenze analitiche (Il "clean up" aumenta la vita operativa della colonna di separazione e del rivelatore). Se lo richiede il sistema di rivelazione, si operano il cambio di solvente e/o la diluizione dell'estratto finale. La soluzione risultante è processata per HPLC/FLD, HPLC/UV ovvero GC/MS.

NOTA: Poiché gli IPA lentamente si degradano anche al buio quando sono mantenuti a temperatura ambiente, diversamente da quanto previsto nel Metodo UNI EN 15549:2008 il tempo di conservazione massimo consentito (dal prelievo all'analisi chimica) non si superiore a 30 giorni. Qualora il campione sia custodito a temperature sub-ambiente è possibile conservare il campione per un tempo più ampio: fino a un massimo di 75 gg. per temperature ≤5°C, fino a un anno per temperature inferiori a -15°C.

NOTA: L'uso della HPLC con rivelazione UV può dimostrarsi vantaggiosa per discriminare gli isomeri BbF e BjF, operando un'opportuna selezione delle λ d'assorbimento.

NOTA: L'incertezza associata alle temperature sopra riportate non deve essere superiore a 1°C.

5. Requisiti del metodo

5.1 Requisiti del sito di misura

Gli specifici requisiti del sito di misura sono determinati dagli obiettivi del monitoraggio. Nel caso di misurazioni eseguite in ragione degli obiettivi del D.Lgs. 13 agosto 2010, n. 155, saranno rispettate le istruzioni riguardo al collocamento dei campionatori di polveri atmosferiche fornite nell'Allegato III dello stesso decreto legislativo [2].

5.2 Requisiti del campionamento

Il sistema di campionamento delle polveri sospese deve essere conforme a uno tra quelli indicati nella norma UNI EN 12341:2001 [3]. E possibile utilizzare sistemi di campionamento diversi (ad es. riguardo alla portata o alla geometria della testa di campionamento) previa dimostrazione dell'equivalenza al metodo di riferimento, nei modi previsti dall'allegato VI del D.Lgs. 13 agosto 2010, n. 155 [2].

5.3 Analisi chimica

5.3.1 Efficienza di recupero

Usando il metodo del riferimento esterno o del riferimento interno per la quantificazione, è necessario valutare periodicamente l'efficienza di recupero per ognuno degli IPA cancerogeni drogando bianchi-filtro di laboratorio (del medesimo lotto utilizzato per la raccolta) con una nota quantità di analiti e applicando la normale procedura d'analisi chimica. L'efficienza di recupero di ciascun IPA dovrà essere compresa tra l'80% e il 120%, altrimenti occorrerà adottare il metodo del riferimento surrogato. Il test dell'efficienza di recupero deve essere ripetuto con una frequenza tale da garantire il mantenimento del 95% di probabilità della correttezza della misura (par.11.4, 12.1, 12.2).

Nel caso in cui si applichi il metodo del riferimento surrogato (par.10.1.3), questo test preliminare per la valutazione del recupero non è necessario. Il recupero dei surrogati per campioni reali (filtri di campo) non può essere inferiore al 50% né superiore al 150%, altrimenti i campioni medesimi vanno scartati.

NOTA: Un recupero dei surrogati costantemente inferiore al 70% è indicativo di problemi nella procedura di preparazione del campione analitico. Questi problemi devono essere eliminati.

Valutare l'affidabilità del metodo riguardo all'efficienza d'estrazione di ciascun IPA d'interesse processando opportunamente un materiale di riferimento certificato, utilizzando l'equazione (1):

$$R = \frac{X_a}{X_{ca}} \times 100. \qquad (1)$$

In particolare, per il BaP:

$$R = \frac{X_{BaP}}{X_{cBaP}} \times 100.$$

Dove:

R efficienza di recupero in %;

X_a frazione di massa misurata (concentrazione espressa in µg/g);

X_{ca} frazione di massa certificata (concentrazione espressa in µg/g);
L'efficienza di recupero deve ricadere nell'intervallo 80 % ÷ 120 %.

NOTA:Un materiale di riferimento certificato contenente la medesima matrice della polvere PM10, valida per qualsivoglia contorno ambientale non è disponibile. Esistono, tuttavia, materiali di riferimento certificati, costituiti da polveri atmosferiche raccolte e omogeneizzate in situazioni controllate (p.es., materiale particolato urbano: NIST SRM 1649B; PM_4: NIST SRM 2786; matrice PM10-simile: CRM ERM CZ-100).

Le interferenze e modificazioni che interessano i campioni ambientali (filtri di campo), come ad esempio, le reazioni chimiche degli IPA che avvengono durante l'estrazione con solvente, possono essere identificate:

- Ripetendo l'estrazione con un metodo o un solvente diverso e confrontando i risultati;
- Comparando i rapporti di concentrazione tra l'IPA d'interesse e un IPA più stabile e altobollente, p.es., il benzo[*e*]pirene or benzo[*k*]fluorantene: una spia del verificarsi di problemi durante la preparazione del campione per l'analisi strumentale consiste nel riscontrare deviazioni (valori più bassi dei rapporti di concentrazione) rispetto a precedenti misurazioni eseguite nello steso luogo e nella stessa stagione dell'anno. Cambiando la procedura di preparazione del campione (p.es., scegliendo un altro solvente o diverse condizioni operative d'estrazione, ovvero modificando la procedura di purificazione) è possibile verificare ed eventualmente eliminare il problema.

5.3.1.1 Limite di rivelabilità

5.3.1.2 Generalità

Il limite di rivelabilità di ogni IPA deve risultare inferiore a 0.02 ng/m3, tenendo conto del volume dell'estratto del campione pronto per l'analisi e della quantità d'aria ambiente campionata.

Nota: Se si utilizza la tecnica HPLC-FD/UVA, la risposta del benzo[j]fluorantene risulta notevolmente inferiore. Pertanto, il limite di rivelabilità per questo composto per la procedura applicata (qualora si voglia discriminare dagli isomeri BbF e BkF) deve risultare migliore di 0.2 ng/m^3.

5.3.1.3 Determinazione basata sui bianchi-filtro di laboratorio

Determinare il limite di rivelabilità assoluto di ogni IPA mediante lo scarto tipo calcolata su almeno dieci bianchi-filtro di laboratorio, applicando la relazione (2):

$$S_{lfb} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} ([m]_i - m_{i,j})^2}{n-1}} \qquad (2)$$

dove:

S_{lfb} scarto tipo dei bianchi-filtro di laboratorio, espressa in ng;
$[m]_i$ media dei bianchi-filtro di laboratorio, espressa in ng, per l'IPA *i*-esimo;
$m_{i,j}$ valore individuale j-esimo di bianco-filtro di laboratorio, espressa in ng, per l'IPA *i*-esimo;
n numero dei filtri analizzati.

La minima quantità d'analita rivelabile è calcolata attraverso la formula (3):

$$D_{M,i} = t_{n-1;0,95} \times S_{lfb} \qquad (3)$$

dove:

$D_{M,i}$ minima quantità rivelabile dell'IPA *i*-esimo, espressa in ng;
$t_{n-1;0,95}$ fattore *t* di Student, valido per *n* misure con un intervallo di confidenza pari al 95 %;
S_{lfb} scarto tipo dei bianchi-filtro di laboratorio, in ng.

Ancora, per il BaP:

$$S_{lfb} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}([m]BaP - m_{BaP,j})^2}{n-1}}; \qquad (2a)$$

$$D_{M,BaP} = t_{n-1;0,95} \times S_{lfb}. \qquad (3a)$$

5.3.1.4 Determinazione basata sul rapporto segnale-rumore

Eseguire un'analisi cromatografica senza iniettare nulla (corsa a vuoto). Mantenere i parametri cromatografici usati per la taratura e la rivelabilità degli IPA. Calcolare il limite di rivelabilità per ciascun IPA moltiplicando per tre il valore medio dell'altezza del segnale di rumore valutato in corrispondenza dell'intervallo individuato dal tempo di ritenzione dell'IPA, ± dieci volte l'ampiezza a meta altezza del picco corrispondente al minimo livello di concentrazione utilizzato per la taratura.

5.3.1.5 Calcolo del limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità, espresso in quantità di IPA per volume d'aria (ng/m³), è calcolato introducendo il volume nominale di campionamento, secondo l'equazione (4):

$$D_C = \frac{D_M}{V_n} \qquad (4)$$

dove:
D_C limite di rivelabilità, espresso in ng/m³;
D_M quantità minima di IPA rivelabile, espressa in ng;
V_n volume nominale di aria campionato, in m³.

Per il volume nominale di campionamento, si utilizzeranno i dati registrati normalmente durante la medesima operazione. Nei casi in cui la misura di IPA si effettui su filtri giornalieri individuali, i volumi corrisponderanno alle quantità d'aria filtrata nelle 24 ore. Per analisi cumulative di filtri (p.es., gruppi settimanali o mensili di filtri o di loro aliquote) si calcoleranno di conseguenza i volumi equivalenti d'aria filtrata.

6. Strumenti e materiali per l'analisi chimica

6.1 HPLC

Cromatografo liquido composto da un sistema d'iniezione (es. valvola a sei vie adatta alle alte pressioni di liquido), una colonna in fase inversa (p.es., di tipo C_{18}, CN o NH_2) per l'analisi degli IPA, un sistema termostatico con alloggio per la colonna, un sistema di pompaggio dei solventi e un rivelatore di tipo FLD (Allegato E1). È anche richiesta la presenza d'un degassatore per i solventi d'eluizione.

NOTA:Se la concentrazione di IPA nell'estratto è elevata e/o si effettua la purificazione dell'estratto delle polveri, è ammesso l'impiego d'un rivelatore del tipo DAD (par.10.1 e Allegato C).

Lo strumento deve essere equipaggiato con un opportuno miscelatore per operare in programma di solventi.

La temperatura della colonna deve essere mantenuta costante entro ± 1°C.

6.2 Sistema GC
Il gascromatografo deve essere equipaggiato con un iniettore adatto per le sostanze a bassa volatilità (p.es., di tipo *split-less* o *vaporizzatore PTV* o *cold on-column*) e con rivelatore spettrometrico di massa. La colonna deve possedere caratteristiche adatte per la separazione degli IPA (Allegato C).

6.3 Reagenti e gas
6.3.1 Solventi
Devono essere utilizzati solventi di massima purezza (toluene, cicloesano, isoottano, acetonitile, metanolo, isopropanolo, *n*-esano, acetone, diclorometano, acqua), classificati "per analisi HPLC nel lontano ultravioletto" oppure "per analisi di residui" (par.11.1 e par.13).

6.3.2 Gas
Per la degassificazione dei solventi di HPLC si può usare azoto a elevata purezza (> 99,999 %) o l'ultra-sonicazione.
Per la separazione cromatografica mediante GC, si usa preferenzialmente elio ultrapuro (>99,999%) o in alternativa idrogeno. Il gas di trasporto è ulteriormente purificato mediante trappole assolute o serie di trappole per idrocarburi, ossigeno e acqua.

6.3.3 Soluzioni di riferimento esterno
Le soluzioni di *riferimento* di IPA sono utilizzate singole o (preferibilmente) in miscela, p.es., operando la diluizione d'una soluzione di IPA con concentrazioni riferibili a campioni internazionalmente accettati (*soluzione madre o primaria*) (par. 6.3.6).

6.3.4 Soluzioni di riferimento interno
IPA alogenati (p.es. fluorurati) e IPA metilati (p.es. 6-metilcrisene) sono adatti per l'analisi via HPLC/FLD;
IPA deuterati o marcati con C^{13} (p.es. perylene-d_{12} o crisene-C^{13} sono usati in GC/MS.
È necessario accertarsi che le soluzioni di riferimento non contengano più dell'1% di IPA nativi.

6.3.5 Soluzioni di riferimento surrogato
IPA alogenati o metilati (p.es., 7-metilbenzo[*a*]pirene (per HPLC/FLD);
IPA (se uno solo, a cinque anelli), deuterati o marcati con C^{13}, p.es. B*a*P-d_{12} (per GC/MS).
È necessario accertarsi che le soluzioni di riferimento non contengano più dell'1% di IPA nativi.

6.3.6 Soluzione di riferimento "stock" (madre o primaria)
Diluizione d'una soluzione di IPA con concentrazioni riferibili a campioni internazionalmente accettati, p.es. una soluzione *NIST 1647e* (*soluzione madre o primaria*) (devono essere soddisfatti i requisiti di riferibilità).

6.3.7 Materiale di riferimento certificato
Materiale contenente concentrazioni certificate di IPA in una matrice simile al particolato PM10 e alle particelle che lo compongono (p.es., NIST SRM 1649B, NIST SRM 2786, CRM ERM CZ-100).

6.4 Sistema di campionamento delle polveri atmosferiche
6.4.1 Campionatore per la frazione PM10 del particolato atmosferico
Il sistema di campionamento deve corrispondere o essere equivalente a quello previsto nella normativa UNI EN 12341:2001, ai sensi dell'allegato VI del D. Lgs. 155/2010 [2].

6.4.2 Grasso per superfici
Se richiesto dal Costruttore, la superficie d'impatto della testa di prelievo deve essere trattata con un opportuno materiale ingrassante (fare riferimento al relativo Manuale d'istruzioni). Questo non deve interferire con l'analisi chimica degli IPA.

6.4.3 Filtri in fibra di quarzo o di vetro
Di dimensioni adatte per l'impiego con il campionatore. L'efficienza di cattura per le particelle con diametro aerodinamico ≤0,1 µm, nominalmente rispettata (≥99%) con questi tipi di materiale, deve mantenersi anche dopo il pre-trattamento del filtro in stufa per eliminare sostanze interferenti (par.11.6, 11.7 e 13). In specie, il trattamento termico non deve rendere fragili i filtri stessi, né indurre perdite di materiale (p.es., in presenza di leganti). È consigliabile utilizzare filtri la cui efficienza di separazione sia stata misurata dalla Ditta fabbricante in accordo alle norme UNI EN 13274-7 e/o EN 1822-1.
La purezza dei filtri deve essere verificata (par.13).

NOTA: Se sulle polveri non devono essere eseguite valutazioni di carbonio elementare e/o organico, è possibile optare per membrane in quarzo in sostituzione dei filtri in quarzo/vetro. In questo caso, la tuttavia, l'efficienza di cattura delle polveri di dimensioni ridotte (≤0.1 µm) deve essere garantita dal Costruttore.

Nella scelta del materiale filtrante occorre tenere conto dell'eventualità di eccessiva impedenza lungo la linea di gas, causata dall'intasamento della membrana. Piuttosto che dall'eccessiva quantità di polveri, problemi possono essere causati dall'umidità atmosferica se i filtri hanno proprietà idrorepellenti. Per esempio, per le membrane i teflon è raccomandato l'impiego di materiale con porosità pari a 2 µm, operando campionamenti non superiori a 24 h. Analoghi problemi possono incorrere qualora a valle del filtro s'intenda collocare una trappola per vapori organici in XAD (amberlite).

6.4.4 Flussimetro
Il flussimetro tarato, da utilizzare per il controllo della portata del sistema campionatore, deve garantire un'incertezza di misura ≤ ±2 % per valori di portata volumetrica pari a quelli del

campionatore, in analogia a quanto richiesto dalla norma UNI EN 12341:2001, par. B.4. La taratura del flussimetro deve essere riferibile ai campioni internazionalmente accettati.

6.5 Preparazione/estrazione del campione

Per l'estrazione degli IPA dal substrato particellare, è richiesto uno dei seguenti sistemi:

- *pallone a fondo tondo con condensatore a riflusso;*
- *soxhlet completo;*
- *sistema di digestione a micro-onde;*
- *sistema d'estrazione accelerata con solvente (tipo ASE, PFE o simili)*
- *bagno a ultrasuoni.*

Per esempi o dettagli della procedura, si rimanda all'Allegato B.

6.6 Purificazione dell'estratto-campione

Qualora si operi la purificazione dell'estratto-campione prima dell'analisi chimica strumentale (Allegato C), sono richiesti:

- *Cartucce per l'estrazione in fase solida (SPE) di silice;*
- *Allumina (neutra o basica) per cromatografia di Brockmann*
- *Colonne per cromatografia in borosilicato, equipaggiate con rubinetto in teflon e setto poroso si vetro.*
- *Solventi per analisi di residui o per cromatografia liquida "far UV": isoottano, diclorometano, acqua.*

7 Campionamento delle polveri PM10

7.1 Preparazione dello strumento prima del campionamento

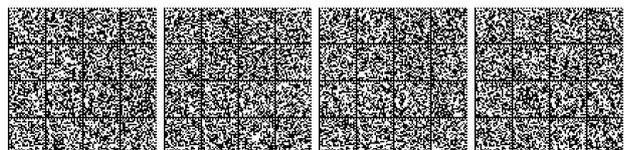
Consultare il manuale d'istruzioni del Costruttore per conoscere i requisiti minimi di voltaggio e potenza elettrica impegnata del campionatore e accertarsi che nel sito di prelievo sia disponibile un'alimentazione elettrica adeguata alle esigenze strumentali.

Pulire accuratamente le parti interne della testa di campionamento (*sampling inlet*), la linea di prelievo e ogni altra parte del campionatore che, secondo le istruzioni e avvertenze del Costruttore, possa venire a contatto con il filtro di raccolta delle polveri prima dell'uso (p.es., il meccanismo di cambio dei filtri, i portafiltri e i loro componenti). Analogamente, ispezionare le parti ingrassate come le superfici d'impatto; se necessario, pulirle prima del campionamento e procedere a un nuovo ingrassaggio.

Il test di tenuta stagna della linea di prelievo va eseguito prima di dislocare il campionatore sul campo, al fine di verificare l'esistenza di problemi e risolverli preliminarmente alla fase operativa. Il test di tenuta della linea di prelievo deve essere ripetuto dopo aver istallato il campionatore nel sito prescelto.

7.2 Manipolazione dei filtri

I filtri (di diametro pari a 47 mm) devono essere manipolati con pinzette a punta arrotondata e piatta, al fine d'evitare contaminazioni e danneggiamenti.

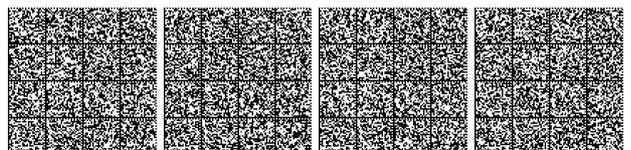
Nota: Poiché la procedura non è applicabile con filtri più grandi (usati di solito operando ad alto flusso), in questo caso s'indosseranno dei guanti in materiale opportuno (cotone, lattice), toccando soltanto le pareti esterne dei filtri.

7.3 Preparazione dei filtri

Filtri che sono visibilmente contaminati, p.es., durante l'impaccamento o il trasporto, devono essere eliminati. Ogni filtro va ispezionato prima dell'uso, facendo attenzione che non compaiano fori, sbavature, depositi, macchie, granelli, imperfezioni, non-uniformità del substrato. Per esempio, si può adoperare una lente d'ingrandimento e una sorgente luminosa, oppure osservare il filtro controluce. Qualsiasi sospetto o fonte d'imperfezione o non integrità induce a scartare il filtro.
Assegnare a ogni filtro un codice unico d'identificazione e disporlo in un contenitore stagno, fornito d'etichetta. Il contenitore sarà usato per conservare e trasportare il filtro tra il laboratorio e il luogo di campionamento.

NOTA: Il contenitore deve essere fatto di materiale appropriato, come vetro o PTFE.

Se è necessario marcare il filtro ai fini identificativi (e non è sufficiente etichettare il contenitore di trasporto), l'operazione va eseguita ai margini del filtro stesso, in una sezione che non sarà analizzata in seguito (p.es., per filtri con anello di tenuta rimovibile, la marcatura si farà sull'anello).
Stabilire una sequenza-filtro registrata (p.es., il quaderno/registro organizzato secondo lo schema del diagramma di flusso delle operazioni cui il filtro è sottoposto) per documentare la vita e le caratteristiche d'ogni filtro. Registrare il numero di filtri custoditi nella sequenza registrata. Se il sistema campionatore è del tipo sequenziale che opera continuativamente per un periodo stabilito, caricare il numero richiesto di filtri negli alloggiamenti porta-filtro etichettati e nel caricatore dello strumento. L'insieme deve essere sigillato pronto per l'impiego e deve essere conservato tale nel trasporto, fino al momento del montaggio nel campionatore. Registrare quale filtro è collocato in ciascun alloggiamento e qual è la sua posizione nel caricatore (qual è il periodo di campionamento dall'atmosfera corrispondente).
Manipolare i filtri bianchi di laboratorio esattamente come i campioni reali, senza tuttavia trasportarli al luogo di campionamento e senza aspirare aria attraverso di essi. Bisogna saggiare ogni serie di filtri prima dell'uso, analizzando un filtro bianco (o un gruppo congruo) (par.11.6).
Preparare filtri bianchi di campo e processarli, per quanto possibile, come fossero campioni reali. Trasportarli al sito di campionamento, dislocarli nel campionatore (senza far partire la pompa aspirante),
riprenderli e ricondurli in laboratorio, analizzarli allo stesso modo di campioni reali. Almeno un filtro ogni venti dovrà essere analizzato come bianco di campo. Se per un qualsiasi IPA il filtro bianco di campo eccede significativamente il valor medio dei filtri bianchi di laboratorio, la fonte di contaminazione deve essere identificata ed eliminata. Se i risultati dei campioni reali sono significativamente alterati dal filtro bianco di campo, qualora possibile i campioni debbano essere rianalizzati.

7.4 Raccolta e conservazione dei campioni

Collocare e regolare il campionatore sul campo, in accordo con le istruzioni del Costruttore (manuale). Assicurarsi che i requisiti per il sito e le condizioni ambientali al contorno siano soddisfatti (par.5.1).
Eseguire il test di tenuta della linea di prelievo e controllare il flusso d'aspirazione del campionatore usando il flussimetro tarato, prima del campionamento, e ripetere l'operazione almeno ogni tre mesi. Allo scopo, seguire le istruzioni del Costruttore. Se il flusso reale devia dal valore nominale

più di quanto assicurato dal Costruttore, tarare il campionatore aggiustando la velocità di flusso quanto necessario.
Raccogliere i filtri bianchi di campo ad ogni sito di misura degli IPA, almeno una volta ogni venti filtri usati per i prelievi.
Caricare un filtro pulito (per sistemi di campionamento individuali) o un caricatore di filtri puliti (per sistemi sequenziali) nel campionatore all'inizio del periodo di prelievo. Programmare il sistema in conformità con le istruzioni del Costruttore, far partire il timer e registrare l'ora e la data di partenza. La durata del campionamento è fissa e uguale a 24 h.
Per sistemi individuali, recuperare il filtro dal campionatore alla fine del prelievo, quindi riporlo in un contenitore da trasporto etichettato in modo inequivoco e sigillare il contenitore per compiere il trasporto in laboratorio. Per sistemi sequenziali, raccogliere il treno di filtri usati (spesso, alloggiati insieme in uno speciale caricatore), avvolgerlo con un film isolante (p.es., alluminio e/o *parafilm*) e predisporlo al trasporto in laboratorio.

NOTA:Qualora i filtri siano stati ripiegati al fine di trasportarli e custodirli più agevolmente, sarà necessario analizzarli per intero perché l'operazione può modificare la distribuzione delle particelle sulla superficie filtrante; in questo caso, quindi, non è possibile suddividere il campione e analizzarne separatamente le aliquote. La sezione che riporta l'eventuale etichetta del filtro (9.3) deve essere asportata prima dell'estrazione.

I filtri saranno estratti non oltre quattro settimane dopo il campionamento, se custoditi in un contenitore sigillato, al buio, a temperature inferiori a 20±1°C. Se sono custoditi in frigorifero (5±1°C) o in un congelatore (≤-15±1°C), il tempo di conservazione può essere prolungato fino a 2 mesi o 1 anno, rispettivamente.

NOTA:Campioni individuali raccolti per un periodo complessivo compreso tra qualche giorno e un mese possono essere combinati e analizzati come un unico campione composito [2]. Aliquote d'identiche dimensioni di giorni singoli sono estratte insieme. Se il contenuto in IPA di questi estratti compositi è diviso per la somma dei volumi d'aria corrispondenti alle aliquote di filtro campionato, il risultato fornisce il valore medio della concentrazione per l'intero periodo. La copertura minima temporale dei campionamenti da eseguire in un'area è stabilita dal D.Lgs. 155/2010.

Registrare tutti i dettagli del campione e del campionamento nel registro dei filtri: ora e data di fine campionamento, flusso d'aspirazione, volume cumulato di campionamento (contatore), interruzioni elettriche e problemi meccanici eventualmente intervenuti, e qualsiasi informazione sia utile per valutare la qualità e rappresentatività del campione stesso.
Pulire e ingrassare la superficie d'impatto, almeno una volta ogni 30 campioni giornalieri, seguendo le istruzioni fornite dal Costruttore.
Procedere a una regolare ed efficace pulizia della testa di prelievo PM10 secondo le istruzioni del Costruttore. Qualora il fabbricante non dia istruzioni al riguardo, la pulizia della testa di campionamento deve essere effettuata in funzione delle concentrazioni di PM10 presenti nel sito di campionamento e comunque almeno una volta ogni 30 giorni.

8 Preparazione del campione

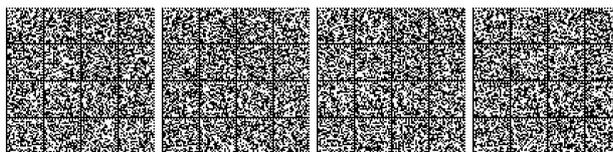
8.1 Pulizia del laboratorio

Strumenti e accessori impiegati nell'analisi degli IPA devono essere opportunamente trattati o selezionati, affinché i valori di bianco siano nulli o inferiori a una quantità equivalente a una concentrazione finale tale da interferire con le valutazioni di campioni reali, soprattutto nelle indagini eseguite in aree remote o rurali. Infatti, se in aree urbane o soggette a inquinamento di tipo industriale o da traffico veicolare sono presumibilmente accettabili limiti inferiori di valutazione corrispondenti a ~0,03÷0,04 ng/m^3, in aree rurali i rispettivi valori devono esser contenuti entro 0,015÷0,020 ng/m^3.

8.2 Estrazione degli IPA dalla matrice particolata

Le seguenti tecniche hanno dimostrato d'essere adatte per l'estrazione con solvente del benzo[a]pirene dal PM10, in accordo con i requisiti di qualità d'analisi (par.6.3.1) [1]:

- estrazione in soxhlet;
- estrazione accelerata con solvente (tipo ASE, PFE e simili);
- bagno ultrasonico;
- digestione a micro-onde.

In linea di principio, queste tecniche normate per il BaP consentono il rispetto dei requisiti di 5.3.1 anche per gli altri IPA. Per poterne eseguire la misura, tuttavia, il laboratorio d'analisi dovrà dimostrare che, nelle condizioni sperimentali adottate, tali requisiti siano effettivamente rispettati per tutti gli IPA cancerogeni. Infatti non per tutti gli IPA e per tutte le matrici gli strumenti e le procedure comunemente adottati sono, in linea di principio, equivalenti. Perciò, la verifica con polveri certificate per il contenuto di IPA appare necessaria.
I metodi s'estrazione ammessi sono descritti nell'Allegato C.
Ogni metodo d'estrazione conduce, come risultato finale, a una soluzione di IPA in un solvente organico, impura per la compresenza d'altre sostanze. Nel caso si esegua l'analisi strumentale per via GC-MSD, l'estratto può essere direttamente analizzato purché sia ridotto a un (piccolo) volume noto e purché risulti assodato che non sia indispensabile compiere la purificazione. Per l'analisi HPLC/FLD, invece, è indispensabile quantomeno eliminare qualsiasi traccia di solvente diverso dall'acetonitrile. Pertanto, l'estratto sarà con cura concentrato in evaporatore rotante fino a un volume di circa 5 ml e poi ridotto quasi a secco sotto flusso d'azoto (pur facendo attenzione che il solvente non evapori completamente). Il residuo sarà dissolto in acetonitrile e nuovamente concentrato quasi a secco. Alla fine il residuo sarà disciolto in un volume noto d'acetonitrile.
Ogni laboratorio dovrà provare che, nelle condizioni sperimentali prescelte, le efficienze di recupero degli IPA (e dell'eventuale riferimento surrogato) ottenute con questa procedura consentano il rispetto dei requisiti riportati in par.5.3.1.
Se necessario, l'estratto sarà sottoposto a una fase di purificazione previa riduzione del volume a non oltre il 10% rispetto al valore iniziale (Allegato B). Se non è analizzata immediatamente, la soluzione deve essere custodita al buio e a bassa temperatura (<6°C) per evitare sia la decomposizione degli IPA, sia l'evaporazione del solvente. Il tempo massimo di conservazione in queste condizioni è un mese (in congelatore a -16°C è pari a 4 mesi).

9 Analisi chimica strumentale

9.1 Analisi per HPLC/FLD

9.1.1 Principio del metodo

L'estratto organico contenente gli IPA è filtrato e, se necessario, purificato mediante cromatografia su colonna (ad esempio l'Allegato B), quindi è ridotto quasi a secco per sostituire il solvente con l'acetonitrile, adatto per l'analisi HPLC.
Un'aliquota della soluzione è iniettata nello strumento HPLC/FLD. Gli IPA sono identificati attraverso i rispettivi tempi di ritenzione. Le aree e/o le altezze dei picchi cromatografici sono adoperate per la misura delle rispettive concentrazioni nel campione.
La risposta e la sensibilità del rivelatore FLD si mantengono costanti per lunghi periodi, cosicché è possibile applicare indifferentemente il metodo del riferimento *esterno* ovvero il metodo del riferimento *interno* per la quantificazione degli IPA. Se la fase di purificazione o la complessità del substrato del campione deprimono l'efficienza di recupero, si può utilizzare il metodo del riferimento *surrogato* per correggere le perdite di analita verificatesi durante la preparazione del campione d'analisi.

9.1.2 Reagenti

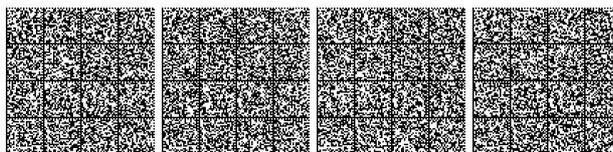
9.1.2.1 Soluzioni di taratura

La composizione quantitativa della soluzione di riferimento madre (*stock*) dovrà tenere conto della diversa risposta dei singoli IPA analizzati con il rivelatore a fluorescenza, nelle condizioni strumentali adottate, ed eventualmente dei differenti livelli di concentrazione degli IPA nei campioni reali.
Per individuare la curva di risposta strumentale valida per ciascun IPA, si preparino le soluzioni di taratura dalla soluzione stock a non meno di cinque livelli di concentrazione, trasferendo appropriati volumi della soluzione madre in un pallone tarato e portando a volume con acetonitrile. Le concentrazioni dovranno coprire un intervallo operativo corrispondente a quello atteso per le concentrazioni dei campioni reali. La minima concentrazione di ciascun IPA dovrà essere prossima al limite di rivelabilità, ma superiore a questo.
La retta di taratura sarà definita per ogni IPA in ragione delle concentrazioni ambientali, stimati attraverso analisi di screening o attesi per il periodo in base ad archivi di serie storiche. Gli estremi inferiore e superiore dell'intervallo di taratura devono essere rispettivamente inferiore e superiore d'un ordine di grandezza alle concentrazioni stimate. L'incertezza della misura nell'intorno di concentrazioni equivalenti a 1,0 ng/m^3 (ovvero il valore obiettivo del BaP) deve essere $\leq$ 10%.

NOTA: Se si applica il metodo del riferimento esterno queste soluzioni sono utilizzate ai fini della taratura, mentre con i metodi del riferimento interno o del riferimento surrogato le soluzioni servono per verificare la linearità (test del lack of fit).

NOTA: Per esempio, dato un volume equivalente d'aria pari a 100 m^3 e un volume finale d'estratto pari a 1,00 ml, al valore obiettivo di 1 ng/m^3 di BaP corrisponde una concentrazione pari a 100 ng/ml.

9.1.2.2 Soluzione di riferimento/i esterno/i

Usare una soluzione di taratura (par.9.1.2.1) con le concentrazioni più prossime a quelle equivalenti ai valori attesi per gli IPA nei campioni reali.

9.1.2.3 Soluzione di riferimento/i interno/i

Diluire il/i riferimento/i interno/i (par.7.4) in acetonitrile. Aggiungere, per esempio, 10 µl di questa soluzione all'estratto campione (se necessario, dopo la purificazione) prima dell'analisi strumentale. La concentrazione della soluzione dovrà essere equivalente al valore obiettivo in aria (±20%) di BaP.

NOTA : Per esempio, dato un volume equivalente d'aria pari a 100 m^3 e un volume finale d'estratto pari a 1,00 ml, al valore obiettivo di 1 ng/m³ corrisponde una concentrazione pari a 100 ng/ml.

9.1.2.4 Soluzione di riferimento/i surrogato/i

Diluire il/i riferimento/i surrogato/i (par.7.5) in acetonitrile. Per esempio, aggiungere 10 µl di questa soluzione al filtro, prima dell'estrazione con solvente. La concentrazione della soluzione dovrà corrispondere approssimativamente ai valori attesi di benzo[a]pirene nei campioni reali.

NOTA : Per esempio, dato un volume equivalente d'aria pari a 100 m^3 e un volume finale d'estratto pari a 1.00 ml, al valore obiettivo di 1 ng/m³ di BaP corrisponde una concentrazione pari a 100 ng/ml.

9.1.3 Parametri adatti per l'analisi strumentale HPLC/FLD degli IPA

I parametri operativi strumentali variano in ragione del tipo di strumento e della colonna separativa utilizzati. Un esempio è fornito in E.1.

9.1.4 Taratura

Se si adotta il metodo del riferimento esterno per la quantificazione degli IPA, iniettare direttamente nel sistema HPLC/FLD le soluzioni di taratura (par.9.1.2.1; p.es., aliquote di 20 µl; il valore dipende dalle caratteristiche della colonna separativa); per ogni IPA, tracciare il grafico dell'area o altezza di picco in funzione della concentrazione. Processare almeno in triplicato ogni livello di concentrazione. Calcolare la funzione di taratura usando la regressione lineare. I risultati dello studio della La *lack of fit* della funzione di taratura dovranno soddisfare i requisiti riportati in par.12.2.

9.1.5 Rivelazione e misura degli IPA

Rimuovere gli estratti campione dal contenitore di custodia freddo e dar loro il tempo di riportarsi a temperatura ambiente. Iniettare un'aliquota d'estratto (p.es., 20 µl) nel sistema HPLC/FLD e identificare ciascun IPA attraverso il suo caratteristico tempo di ritenzione. Qualora la concentrazione di un IPA nell'estratto risulti maggiore del limite superiore dell'intervallo di lavoro determinato dal laboratorio, diluire un'aliquota dell'estratto e ripetere l'analisi. Per la quantificazione, usare secondo opportunità o preferenza uno tra i metodi del riferimento *esterno*, del riferimento *interno* o del riferimento *surrogato*.

9.2 Analisi chimica strumentale mediante GC/MSD

9.2.1 Principio del metodo

L'estratto organico contenente gli IPA può essere purificato mediante cromatografia su colonna (esempio riportato nell'Allegato B), qualora sia necessario. In seguito, l'estratto è evaporato, portato a volume con un solvente opportuno (toluene, cicloesano, cloroformio) e un'aliquota (1÷2µl) è iniettata nel sistema GC/MSD. Dopo la separazione operata dalla colonna capillare, gli IPA sono

rivelati dallo spettrometro di massa. Ogni sostanza è identificata dal tempo di ritenzione caratteristico nelle condizioni operative e dai valori m/z dei suoi ioni specifici; l'area o l'altezza di picco sono utilizzate per la misura della sua concentrazione nel campione.
Nell'analisi GC/MSD, per la quantificazione degli analiti è richiesta una combinazione dei metodi del riferimento interno e del riferimento surrogato. È importante, ai fini della precisione, che il volume di soluzione-campione o miscela riferimento effettivamente iniettato nel sistema GC-MS e la procedura d'iniezione (tempistica, tipo di siringa) siano sempre uguali; l'uso d'un autocampionatore è d'aiuto a questo scopo.

9.2.2 Reagenti

9.2.2.1 Soluzioni di verifica della linearità (lack of fit)

Preparare le soluzioni di taratura dalla soluzione madre (*stock*) a non meno di cinque livelli di concentrazione, diluendo appropriati volumi di soluzione madre con un solvente adatto, in un pallone tarato, e portare a volume (Tabella A.1 in Allegato A). La minima concentrazione di ciascun IPA deve essere prossima, ma superiore, al corrispondente limite di rivelabilità. Le altre concentrazioni dovranno coprire un intervallo operativo corrispondente a quello atteso per gli IPA nei campioni reali. La concentrazione di benzo[a]pirene di una soluzione dovrà essere equivalente (±20%) al valore obiettivo per questa sostanza in aria ambiente.

NOTA: Per esempio, con un volume di campionamento pari a 100 m^3 e un volume finale d'estratto di 1,00 ml, al valore obiettivo di 1 ng/m^3 di benzo[a]pirene corrisponde una concentrazione di 100 ng/ml.

9.2.2.2 Soluzione di riferimento/i interno/i

Diluire la soluzione di riferimento interno in un solvente appropriato (Tabella A.1 in Allegato A). Aggiungere un volume adatto (p.es., 10 µl) di questa soluzione agli estratti campione prima dell'analisi strumentale. La concentrazione della soluzione dovrà corrispondere alla concentrazione di benzo[a]pirene al valore obiettivo ±20%.

9.2.2.3 Soluzione di riferimento/i surrogato/i

Diluire la soluzione di riferimento surrogato con un solvente adatto. Aggiungere un volume opportuno (p.es., 10 µl) di questa soluzione agli estratti campione prima dell'estrazione. La concentrazione della soluzione dovrà essere approssimativamente equivalente a quella attesa per il benzo[a]pirene nei campioni reali.

NOTA: Per esempio, con un volume di campionamento pari a 100 m^3 e un volume finale d'estratto di 1,00 ml, al valore obiettivo di 1 ng/m^3 di benzo[a]pirene corrisponde una concentrazione di 100 ng/ml.

9.2.3 Parametri strumentali operative per l'analisi mediante GC/MSD

I valori dei parametri strumentali sono selezionati in base al tipo ed alle caratteristiche dell'insieme strumentale, nonché delle caratteristiche della colonna separativa.
Un esempio di parametri adatti all'analisi degli IPA è fornito in (D.2).

9.2.4 Verifica dell'assenza di correlazione (*lack of fit*)

Al fine di stabilire l'intervallo lineare operativo del rivelatore per ciascun IPA, iniettare le soluzioni per verificare l'assenza di correlazione (*lack of fit*; p.es., aliquote di 2µl) direttamente nel

gascromatografo e riportare in grafico le aree dei picchi cromatografici in funzione delle rispettive concentrazioni (par.9.2.2.1). Invece delle aree, si possono prendere le altezze dei picchi. Verificare la *lack of fit* della funzione (per i requisiti par.12.2).

9.2.5 Rivelazione e misura degli IPA

Asportare gli estratti campione dal contenitore di custodia freddo e dar loro il tempo di condizionarsi a temperature ambiente. Iniettare un'aliquota di campione (p.es., 2 μl) nel sistema GC/MSD. Identificare ciascun IPA mediante il corrispondente tempo di ritenzione e la traccia m/z del suo ione molecolare e di uno ione appropriato (esempio nell'Allegato D.2). Usare il segnale integrato (area o altezza di picco) dello ione target per la quantificazione. La quantificazione sarà condotta attraverso la combinazione delle tecniche del riferimento *interno* e del riferimento *surrogato* (par.12.2). Diluire un'aliquota dell'estratto e ripetere l'analisi se la concentrazione di un IPA nell'estratto è maggiore dell'estremo superiore dell'intervallo operativo determinato dal laboratorio.

10 Quantificazione

10.1 Analisi per HPLC/FLD

10.1.1 Metodo della soluzione di riferimento esterna (o del riferimento esterno)

Calcolare la quantità di ciascun IPA contenuta nell'estratto grazie all'equazione (5), utilizzando la funzione di taratura:

$$m_{E,i} = \frac{A_{E,i} - b_i}{a_i} \times V_E \quad , \qquad (5)$$

dove:

$m_{E,i}$ quantità di IPA *i*-esimo contenuta nell'estratto, espressa in ng;
$A_{E,i}$ area o altezza del picco dell'IPA *i*-esimo nel tracciato dell'estratto;
b_i intercetta della funzione di taratura lineare, espressa in conteggi, per l'IPA *i*-esimo;
a_i pendenza della funzione di taratura lineare, in ml/ng, per l'IPA *i*-esimo;
V_E volume dell'estratto, in ml.

In particolare, per il BaP:

$$m_{E,BaP} = \frac{A_{E,\,BaP} - b_{BaP}}{a_{BaP}} \times V_E \quad , \qquad (5a)$$

Usare la/e soluzione/i di riferimento esterno/i (par.9.1.2.2) per verificare la piena funzionalità del sistema HPLC/FLD (in misura pari almeno al 10% dei campioni).
Verificare le efficienze di recupero (par.5.3.1) e, se necessario, includere la fase di purificazione dell'estratto, processando filtri bianchi di laboratorio (almeno 5% rispetto ai campioni), drogati con la soluzione di riferimento esterno/i (par.9.1.2.2).

10.1.2 Metodo della soluzione di riferimento interna (o del riferimento interno)

Preparare cinque o più soluzioni contenenti IPA a concentrazioni tali da coprire l'intero intervallo di lavoro e una concentrazione costante di riferimento/i interno/i. La concentrazione di questi sarà

uguale (±20%) alla concentrazione di benzo[a]pirene e degli altri IPA, equivalente al valore obiettivo.

NOTA: Le soluzioni di taratura possono essere impiegate per questo scopo (par.9.1.2.1), aggiungendo volumi costanti della soluzione di riferimento interno/i (par.9.1.2.3).

Iniettare le soluzioni e calcolare i fattori di risposta *f* attraverso le aree o altezze dei picchi cromatografici di ciascun IPA e dello/degli riferimento interno/i e le corrispondenti quantità, attraverso l'equazione (6):

$$f_i = \frac{A_{IS} \times m_{c,i}}{A_{c,i} \times m_{IS}} \qquad (6)$$

dove:

- f_i fattore di riposta dell'IPA *i*-esimo;
- A_{IS} area o altezza del picco del riferimento interno nel cromatogramma della soluzione di taratura;
- $A_{c,i}$ area o altezza del picco dell'IPA *i*-esimo nel cromatogramma della soluzione di taratura;
- $m_{c,i}$ quantità dell'IPA *i*-esimo nella soluzione di taratura, espressa in ng;
- m_{IS} quantità del riferimento interno nella soluzione di taratura, espressa in ng.

I valori medi dei fattori di risposta possono essere usati per successive analisi.

Aggiungere la soluzione di riferimento interno/i alla soluzione prima dell'iniezione nel GC/MSD (par.9.1.2.3).

Per il BaP:

$$f_{BaP} = \frac{A_{IS} \times m_{c,BaP}}{A_{c,BaP} \times m_{IS}} \qquad (6a)$$

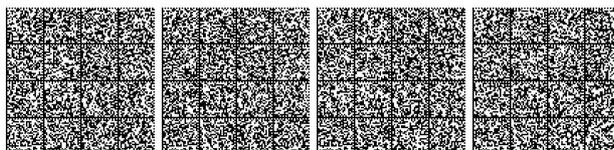
La quantità di IPA i-esimo presente in un estratto di campione sarà calcolata attraverso l'equazione (7):

$$m_{E,i} = \frac{f_i \times A_{E,i} \times m_{ISE}}{A_{ISE}}\ , \qquad (7)$$

dove:

- f_i fattore di riposta dell'IPA *i*-esimo;
- $A_{E,i}$ area o altezza del picco dell'IPA *i*-esimo nel cromatogramma dell'estratto campione;
- A_{ISE} area o altezza del picco del riferimento interno nel cromatogramma dell'estratto campione;
- $m_{iE,i}$ quantità dell'IPA *i*-esimo nell'estratto del campione, espressa in ng;
- m_{ISE} quantità di riferimento interno contenuta nell'estratto campione, in ng.

In particolare, per il BaP:

$$m_{E,BaP} = \frac{f_{BaP} \times A_{E,BaP} \times m_{ISE}}{A_{ISE}}\ . \qquad (7a)$$

Verificare le efficienze di recupero (par.6.3.1), includendo la fase di purificazione, se eseguita, con cinque bianchi-filtro di laboratorio (in numero non inferiore al 5% dei campioni) drogati con la soluzione di riferimento esterni (par.9.1.2.2).

10.1.3 Metodo del riferimento surrogato

Correggere le quantità misurate per gli IPA in ragione delle rispettive efficienze di recupero, operando come segue: calcolare la concentrazione del riferimento surrogato, impiegando la funzione di taratura [in analogia a par.10.1.1] e l'equazione (5) per il metodo del riferimento esterno, oppure usando i fattori di risposta [in analogia a par.10.1.2] e le equazioni (6) e (7) per il metodo del riferimento interno.

Per esempio, aggiungere 10 µl della soluzione di riferimento surrogato (par.9.1.2.4) al filtro prima della fase d'estrazione. Evaporare il solvente e calcolare la quantità di IPA presente nel filtro con l'equazione (8):

$$m_{F,i} = \frac{m_{SSF} \times m_{E,i}}{m_{SSE}} \qquad (8)$$

dove:

$m_{F,i}$ quantità di IPA i-esimo nel filtro campione, in ng;

m_{SSF} quantità di riferimento surrogato aggiunta al filtro, in ng;

$m_{E,i}$ quantità dell'IPA *i*-esimo nell'estratto, espressa in ng, calcolata con l'equazione (5) o (7);

m_{SSE} quantità del riferimento surrogato nell'estratto del campione, espressa in ng.

Per il BaP:

$$m_{F,BaP} = \frac{m_{SSF} \times m_{E,BaP}}{m_{SSE}} \; . \qquad (8a)$$

10.2 Analisi via GC/MSD

Preparare cinque o più soluzioni contenenti IPA a concentrazioni tali da coprire l'intero intervallo di lavoro e una concentrazione costante di riferimento interno/i (par.7.4). La concentrazione di quest'ultimo sarà uguale (±20%) alla concentrazione di benzo[a]pirene equivalente al valore obiettivo.

NOTA: Le soluzioni di taratura possono essere impiegate per questo scopo (par.9.1.2.1), aggiungendo volume costanti della soluzione di riferimento interno/i (par.9.1.2.3).

Iniettare le soluzioni e calcolare i fattori di risposta *f* attraverso le aree o altezze dei picchi cromatografici di ciascun IPA e dello/degli riferimento interno/i e le corrispondenti quantità, attraverso l'equazione (9):

$$f_i = \frac{A_{IS} \times m_{c,i}}{A_{c,i} \times m_{IS}} \qquad (9)$$

dove:

f_i fattore di riposta dell'IPA *i*-esimo;

A_{IS} area o altezza del picco del riferimento interno nel cromatogramma della soluzione di taratura;

$A_{c,i}$ area o altezza del picco dell'IPA *i*-esimo nel cromatogramma della soluzione di taratura;

$m_{c,i}$ quantità dell'IPA *i*-esimo nella soluzione di taratura, espressa in ng;

m_{IS} quantità del riferimento interno nella soluzione di taratura, espressa in ng.

In particolare:

$$f_{BaP} = \frac{A_{IS} \times m_{c,BaP}}{A_{c,BaP} \times m_{IS}} \quad . \qquad (9a)$$

I valori medi dei fattori di risposta possono essere usati per ulteriori analisi.
Aggiungere la soluzione di riferimento interno/i alla soluzione prima dell'iniezione nel GC/MSD (par. 9.1.2.2).

La quantità di IPA i-esimo presente in un estratto di campione sarà calcolata attraverso l'equazione (10):

$$m_{E,i} = \frac{f_i \times A_{E,i} \times m_{ISE}}{A_{ISE}} \qquad (10)$$

dove:

- f_i fattore di riposta dell'IPA *i*-esimo;
- $A_{E,i}$ area o altezza del picco dell'IPA *i*-esimo (della sua traccia m/z target) nel cromatogramma dell'estratto campione;
- A_{ISE} area o altezza del picco del riferimento interno (della sua traccia m/z target) nel cromatogramma dell'estratto campione;
- $m_{E,i}$ quantità dell'IPA *i*-esimo nell'estratto del campione, espressa in ng;
- m_{ISE} quantità di riferimento interno contenuta nell'estratto campione, in ng.

Per il BaP:

$$m_{E,BaP} = \frac{f_{BaP} \times A_{E,BaP} \times m_{ISE}}{A_{ISE}} \qquad (10a)$$

Correggere la quantità di ciascun IPA per l'efficienza di recupero mediante il metodo del riferimento surrogato.
Calcolare la concentrazione del riferimento surrogato in analogia all'equazione (5). Aggiungere al filtro la soluzione di riferimento surrogato (par.9.2.2.3) prima dell'estrazione con solvente. Calcolare la quantità di ciascun IPA contenuta nel filtro, in base all'equazione (11):

$$m_{F,i} = \frac{m_{SSF} \times m_{E,i}}{m_{SSE}} \qquad (11)$$

dove:

- $m_{F,i}$ quantità di IPA *i*-esimo nel filtro campione, in ng;
- m_{SSF} quantità di riferimento surrogato aggiunta al filtro, in ng;
- $m_{E,i}$ quantità dell'IPA *i*-esimo nell'estratto, espressa in ng, calcolata con l'equazione (10);
- m_{SSE} quantità del riferimento surrogato nell'estratto del campione, espressa in ng.

In particolare:

$$m_{F,BaP} = \frac{m_{SSF} \times m_{E,BaP}}{m_{SSE}} \quad . \qquad (11a)$$

10.3 Concentrazione di IPA in aria ambiente

Calcolare la concentrazione di ciascun IPA in aria ambiente attraverso l'equazione (12):

$$C_i = \frac{m_{F,i}}{V} \qquad (12)$$

dove:

- C_i concentrazione in aria dell'IPA *i*-esimo, espressa in ng/m^3;

$m_{F,i}$ quantità dell'IPA *i*-esimo nel filtro campione, espressa in ng;
V volume d'aria campionato, alle condizioni ambiente, espresso in m^3.

In particolare, per il BaP:

$$C_{BaP} = \frac{m_{F,BaP}}{V} \quad (12a)$$

NOTA: La quantità $m_{i,F}$ deve essere normalizzata per la frazione di filtro (superficie esposta) che è stata sottomessa ad estrazione.

11 Controllo di qualità

11.1 Test del bianco reagenti

Analizzare una soluzione di bianco reagenti con frequenza superiore a un test ogni cinquanta campioni e ogniqualvolta sono usati nuovi reagenti e lotti di reagenti. Se un IPA o un picco interferente con un IPA è rivelato ad una concentrazione che contribuirebbe in misura significativa alla concentrazione attesa nei campioni reali (p.es., se il bianco fosse contaminato con un'interferenza che produce un segnale equivalente al 4% del valore-obiettivo del BaP), occorre sospendere l'analisi, al fine d'identificare la fonte della contaminazione e di rimuovere i reagenti contaminati.

11.2 Verifica della deriva di taratura (drift*)*

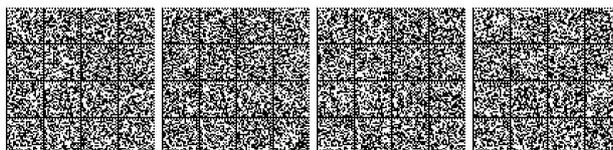
Analizzare la soluzione di taratura contenente benzo[a]pirene a una concentrazione corrispondente al valore obiettivo (±20%; par.9.1.2.1, 9.2.2.1) almeno una volta ogni dieci campioni. Qualora la concentrazione di ciascun IPA sia mutata di oltre il 10% (5% nel caso d'impiego dell'HPLC/FLD e del ricorso al metodo del riferimento esterno; par.10.1.1), sospendere l'analisi e ritarare il sistema cromatografico. Riprocessare le soluzioni campione analizzate durante il periodo in cui è avvenuto il cambio di sensibilità strumentale, oppure, se ciò non sia possibile, correggere i dati tendendo conto del cambio di sensibilità. In questo caso, è necessario tenere conto di ogni ulteriore fonte d'incertezza.

NOTA:Nel caso dell'uso dell'HPLC/FLD e del metodo del riferimento interno, le variazioni della sensibilità dl rivelatore inficiano direttamente il risultato della misurazione. Conseguentemente, i requisiti per la stabilità del rivelatore sono più stringenti.

11.3 Soluzioni per il controllo di qualità

A intervalli regolari analizzare soluzioni di controllo adatte, diverse dalle soluzioni di taratura (p.es., combinazioni d'estratti già analizzati o di loro aliquote), dopo la taratura per verificare la funzionalità dl metodo. Riportare in grafico i risultati (in accordo con la procedura *ISO 8258*) e, se i dati numerici indicano che il metodo è fuori controllo, ricercarne le ragioni e porre in atto azioni correttive; se necessario, ripetere l'analisi.

11.4 Test dell'efficienza di recupero

Estrarre separatamente almeno cinque aliquote opportune di un materiale di riferimento certificato CRM (par.7.7) o d'un materiale riferimento SRM, al fine di dimostrare l'efficienza del metodo. Il valor medio delle efficienze di recupero di tutte le aliquote e di tutti gli analiti calcolate sulla base

dei valori di concentrazione del materiale di riferimento certificato deve variare tra 80% e 120%. Saggiare l'efficienza di recupero del metodo almeno ogni sei mesi, estraendo e processando il CRM. Se i requisiti del recupero non sono soddisfatti, porre in essere azioni correttive e ripetere la valutazione dell'efficienza di recupero.

NOTA: Il certificato d'analisi delle polveri CRM NIST 1649B *fornisce le concentrazioni certificate per tutti gli IPA oggetto di questo metodo, con l'eccezione del BjF per il quale è fornita una concentrazione "di riferimento". Analogamente, per le polveri* SRM NIST 2787 *(di tipo PM4) e sono certificate le concentrazioni di BaP, BbF, BjF, BkF, IP, mentre per BaA e DBahA sono riportati valori "di riferimento". Per inciso, sono certificati anche gli IPA mutageni CH e il BPE. Nelle polveri CRM ERM CZ-100 sono certificati i valori di concentrazione esclusivamente per i sette IPA cancerogeni.*

11.5 Verifica e valutazione delle interferenze cromatografiche

11.5.1 Analisi per HPLC/FLD

Per assicurarsi che non sussistano interferenze né per gli IPA, né per la/le soluzione di riferimento surrogato/e, bisogna dimostrare che la colonna per HPLC è in grado di separare ciascun IPA dai picchi più prossimi nel cromatogramma d'eluizione, con un fattore di risoluzione di picco non inferiore a 1,2.

NOTA: La risoluzione dei picchi può essere calcolata attraverso la formula (13):

$$R_s = 2 \times \frac{t_{R2} - t_{R1}}{w_1 + w_2} \qquad (13)$$

dove:

R_s *risoluzione di picco;*
t_{R1} *tempo di ritenzione del picco 1, espresso in min;*
t_{R2} *tempo di ritenzione del picco 2, espresso in min;*
w_1 *ampiezza del picco 1, in minuti*
w_2 *ampiezza del picco 2, in minuti.*

Ripetere il test a ogni cambio della colonna cromatografica e almeno una volta al mese.

11.5.2 Analisi per GC/MSD

Al fine di stabilire che non sussistano interferenze ovvero che il loro effetto sia minimo, dimostrare che la colonna è in grado di separare il benzo[a]pirene dall'omologo deuterato (BaP, BaP-d_{12}), con una risoluzione di picco uguale o superiore a 1,0.
Ripetere il test ogniqualvolta si sostituisca la colonna capillare e comunque almeno una volta al mese.

11.6 Controllo dei filtri bianchi di laboratorio

Utilizzare il test dei filtri bianchi di laboratorio ai fini della garanzia di qualità soltanto per verificare la purezza dei filtri di raccolta delle polveri.
Se il cromatogramma rivela la presenza di un picco in corrispondenza del tempo di ritenzione di un IPA, avente un'area o altezza indicatrice di una concentrazione che contribuirebbe significativamente (≥4%) al valore atteso dell'IPA nei campioni reali, il lotto di filtri non può essere utilizzato per la misura e l'analisi degli IPA.

NOTA:Utilizzando filtri in quarzo o vetro, la contaminazione spesso è ridotta notevolmente o eliminata del tutto ponendo i filtri in muffola a temperature ≥ 500°C per non meno di 3 h (par.8.1.3).

Membrane in PTFE, eventualmente adottate in sostituzione di filtri in quarzo, possono essere condizionate a temperature di 50°C÷70°C.
Tuttavia, occorre tener presente che i filtri trattati termicamente possono diventare fragili.

11.7 Test dei filtri bianchi di campo

Si raccolgano i bianchi di campo per ogni centralina, con frequenza migliore o uguale ad un campione al mese.
Utilizzare i filtri bianchi di campo solo ai fini della garanzia di qualità. Se il cromatogramma mostra un picco in corrispondenza del tempo di ritenzione di un IPA, con un'area o altezza indicativa di una concentrazione sufficiente per interferire nel valore atteso per il contenuto di IPA nel campione reale, è necessario identificarne le cause e porre in essere azioni correttive. La variazione per la concentrazione degli IPA in conseguenza dell'interferenza del bianco di campo non deve eccedere il 4% del valore atteso.
Se si osserva un'interferenza in corrispondenza del BaP, che genera un segnale uguale o superiore al 4% del valore obiettivo di quest'ultimo, si ripetano i test dei bianchi di campo e del bianco reagenti e, se necessario, si modifichino i parametri operativi dell'analisi chimica strumentale.

11.8 Valutazione esterna della qualità

Se il laboratorio esegue analisi di IPA in aria ambiente con regolarità (p.es., in conformità a programmi di monitoraggio), si raccomanda che esso partecipi a un piano esterno di verifica della qualità, ovvero a un piano di verifica della perizia in materia del Personale impiegato.

NOTA: Si raccomanda che il laboratorio operi concordemente con i requisiti indicate nella normativa EN ISO/IEC 17025 [5]. Ciò può essere dimostrato da una formale certificazione rilasciata da un Ente di Accreditamento.

12 Determinazione dell'incertezza di misura

12.1 Introduzione

La misura della concentrazione di IPA in aria ambiente deve rispondere al requisito della massima incertezza ammessa per i valori misurati nell'intorno del valore obiettivo, prescritta dal D. Lgs. 155/2010.
Al fine di soddisfare questo requisito, l'incertezza di misura deve essere valutata applicando i metodi descritti in *UNI CEI ENV 13005*, *ISO 5725-2* [6], *CR 14377* [7] e in documenti equivalenti. In pratica, i dati d'input per la stima dell'incertezza possono essere tratti da diverse fonti sperimentali, p. es. da studi di validazione (inclusi test di laboratorio, test di campo e/o confronti inter-laboratorio) oppure da procedure di QA/QC (incluse misure ripetute di campioni bianchi e di controllo e di materiali di riferimento certificati, oppure procedure di taratura). Nel metodo *UNI EN 15549:2008* [1] la stima dell'incertezza della misura del BaP è basata sui risultati di test di laboratorio.

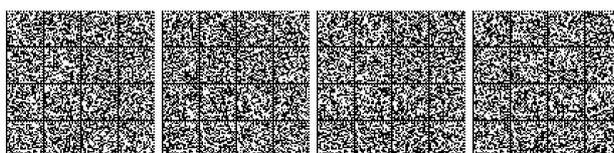
12.2 Variabili che contribuiscono all'incertezza della misura

L'incertezza della misura di ciascun IPA è racchiusa implicitamente nella formula applicata per il calcolo della concentrazione ambiente (12):

$$C_i = \frac{m_{F,i}}{V},$$

laddove $m_{F,i}$ è la quantità (dedotta ultimamente dalla curva di taratura) dell'IPA i-esimo nel campione di polveri sospese, V è il volume d'aria equivalente e C_i è la concentrazione: ogni elemento che rende il valore di $m_{F,i}$ e V approssimato (affetto da incertezza) si riflette su C_i. P.es., il volume d'aria filtrato può essere letto direttamente da un contatore volumetrico (che viene azzerato ad ogni operazione, oppure riporta il volume totale aspirato dal sistema), ovvero può essere calcolato conoscendo la velocità d'aspirazione (flusso) e la durata del campionamento.
I parametri che sono stati identificati come contribuenti all'incertezza delle concentrazioni di BaP misurate in filtri-campione applicando il metodo di riferimento *UNI EN 15549:2008* sono elencati nel metodo stesso ([1], sezione 14.2.1, Tabella 1).

Tabella 1. Parametri d'incertezza e requisiti minimi di qualità per la misura degli IPA atmosferici

A. Parametro d'incertezza	**simbolo**	**sezione**	**requisiti minimi di qualità**
volume d'aria campionato	V		Incertezza migliore del 5%
flusso di campionamento (taratura e misura)	ϕ		$\phi_{nomin.} - \phi_{misur.} \leq \pm 5\%$; incertezza del calibratore ≤1%.
intervallo di campionamento	t		incertezza ≤0.1%.
massa d'IPA individuale raccolta	$m_{F,i}$		
efficienza di campionamento (compreso l'effetto dell'ozono)	S		≥99%, nel campo di concentrazioni sopra la soglia superiore di valutazione
Stabilità dell'analita *i*-esimo	A_i		sostanziale indifferenza tra i risultati d'analisi condotte prima e dopo la conservazione
massa d'IPA individuale nell'estratto	$m_{E,i}$		
B. Metodo dello std esterno	**simbolo**	**sezione**	**requisiti minimi di qualità**
efficienza di recupero dell'IPA *i*-esimo	R_i		$80\% \leq R_i \leq 120\%$, con incertezza ≤±3%
massa dell'IPA *i*-esimo nei riferimenti di taratura	$m_{c,i}$		Incertezza relativa ≤±2%.
lack-of-fit della funzione di taratura	δ		Residui relativi, fuori del campo di taratura, ≤±3% (2% al valore obiettivo, se c'è)
deriva di risposta tra le tarature	d_i		≤±5% (per l'IPA i-esimo)
ripetibilità analitica	υ_{anal}		≤±3%
selettività	s		HPLC: fattore di risoluzione ≥1.2; GC-MS: fattore di risoluz. ≥±1.0 per BaP e BaP-d_{12}
C. Metodo del riferimento *interno*	**simbolo**	**sezione**	**requisiti minimi di qualità**
efficienza di recupero dell'IPA *i*-esimo	R_i		$80\% \leq R_i \leq 120\%$, con incertezza ≤±3%
fattore di risposta medio dell'IPA *i*-esimo	f_i		Scarto tipo relativo ≤±5%
concentrazione del riferimento	m_{ISE}		≤±2%

interno nell’estratto			
selettività	s		HPLC: fattore di risoluzione ≥1.2; GC-MS: fattore di risoluz. ≥±1.0 per BaP e BaP-d_{12}
precisione della misura di risposta	s_f		≤±3%
D. Metodo dello std surrogato	**simbolo**	**sezione**	**requisiti minimi di qualità**
recupero del riferimento surrogato	r		>50% con un’incertezza relativa ≤±5%
massa dell’IPA *i*-esimo nel filtro bianco	$m_{b,i}$		≤1% del valore obiettivo del BaP

Per praticità, i medesimi parametri sono riportati con le necessarie modifiche in Tabella 1A/D. Per ciascuno di questi parametri sono indicati i requisiti minimi, utilizzabili come base per stabilire futuri programmi di QA/QC.

Il metodo fornisce anche un esempio di calcolo dell’incertezza, applicato al BaP, che consente all’utilizzatore di soddisfare i requisiti riportati nel D. Lgs. 155/2010 [1, Allegato D]. Tali calcoli sono stati applicati ai risultati dei test di campo per la validazione del metodo del BaP e hanno dato un'incertezza estesa per il composto, al livello di 1 ng/m^3, pari a ± 37% [1, Allegato E.2.2.1.2].
Nell'applicazione di questo metodo per gli IPA, ogni Laboratorio dovrà verificare che, nelle proprie condizioni sperimentali, per le variabili la cui incertezza può dipendere dall'IPA, i requisiti minimi siano soddisfatti per tutti gli IPA. Nel caso in cui per qualche parametro il requisito minimo non sia soddisfatto, il laboratorio dovrà verificare che il calcolo dell'incertezza dia un valore non superiore all'obiettivo di qualità stabilito dal D. Lgs. 155/2010.

12.3 Raccomandazioni

Si raccomanda d’applicare un appropriato livello di controllo di qualità, p. es. in accordo con la normativa *EN ISO/IEC 17025* [5] o con un altro documento equivalente. Oltre alle misure interne per il controllo di qualità descritte nel presente Metodo, il laboratorio dovrebbe eseguire misure esterne di controllo di qualità, p. es. utilizzando materiali di riferimento, partecipando a confronti inter-laboratorio per valutazioni di soluzioni artificiali e reali o per misure di campo. Dovrebbe anche, possibilmente, aver ottenuto l’accreditamento per la determinazione degli IPA in aria, rilasciato da un Ente di Accreditamento.
Un materiale di riferimento contenente IPA in concentrazioni certificate è reperibile presso il NIST (*NIST CRM 1649B, urban dust*): sono fornite le concentrazioni di massa di numerosi IPA (compresi i sette cancerogeni) e le rispettive incertezze (deviazioni riferimento percentuali). Solo per il benzo[j]fluorantene è fornito un valore “indicativo” o “di riferimento”, non certificato. Quantunque la polvere *NIST CRM 1649B* sia una matrice differente dal PM10 effettivamente raccolto sui filtri-campione, essa è attualmente un materiale di riferimento generalmente considerato adatto (e praticamente adottato) ai fini del controllo di qualità della misura di IPA in aria ambiente. Analogamente, il NIST produce riferimento di riferimento certificati (SRM), costituiti da polveri sospese PM10 e PM4 (*NIST SRM 2786-2787*), e la Commissione Europea il materiale CRM ERM CZ-100, per i quali si conoscono le concentrazioni degli IPA, con le corrispondenti incertezze. Questi materiali di riferimento possono essere processati a intervalli regolari per stimare le efficienze di recupero degli IPA.

13 Interferenze

13.1 Interferenze chimiche e fisiche: generalità

Risultati inusuali, strane forme dei picchi cromatografici o tempi di ritenzione imprevisti o alterati degli IPA sono molto indicativi della presenza d'interferenze cromatografiche. Queste possono dar luogo a valori misurati di IPA maggiori o minori di quelli reali.
L'esposizione al calore, all'ozono e alla luce ultravioletta causa facilmente la degradazione degli IPA durante il campionamento, la conservazione del campione e l'analisi chimica. Pertanto, bisogna evitare per quanto possibile l'esposizione dei filtri e degli estratti a questi agenti.

NOTA: L'impatto negativo dell'ozono, in presenza e assenza di luce solare, è stato sufficientemente provato in ambienti artificiali, quantunque le stime quantitative siano assai dubbie e incerte nell'applicazione di "fattori di correzione" per atmosfere reali. Diversamente dall'ozono, l'NO_2 non sembra incidere in misura significativa sui livelli di IPA, alle concentrazioni normalmente registrate in aria ambiente.
NOTA : Parallelamente, l'equilibrio di ripartizione tra fase gassosa e materiale particolato fa sì che quest'ultimo non contenga la totalità di IPA dispersi in atmosfera: quantunque gli IPA più cancerogeni abbiano scarsa volatilità, tuttavia in condizioni di alta temperatura e di basse concentrazioni di polveri e di analiti la frazione gassosa aumenta a valori percentualmente apprezzabili.
NOTA: Nonostante quanto riportato nelle Note precedenti, nella prassi tuttora non si adottano né sistemi/procedure, né artifici di calcolo, che minimizzino o computino gli artefatti di misura. Questo approccio, ancorché consenta di confrontare dati più omogenei perché affetti dal medesimo tipo d'errore, comporta che le concentrazioni di IPA misurate in aria ambiente siano inferiori a quelle reali.

13.2 Interferenze chimiche e fisiche: identificazione

Si richiede la ricerca di eventuali sostanze incognite che co-eluiscano con uno qualsiasi degli IPA target, operando come segue:
Per analisi GC/MSD: Si valuti la relazione (ed eventualmente il rapporto d'intensità) del segnale corrispondente allo ione target (p.es., per il BaP, m/z = 252) con quelli d'altri ioni caratteristici della sostanza, significativamente abbondanti (p.es., for BaP, m/z = 126 e/o m/z = 250). Si valuti se picchi con valori caratteristici m/z diversi da quelli che appaiono nello spettro di massa dell'IPA considerato sono presenti, e particolarmente abbondanti, in corrispondenza del tempo di ritenzione dell'IPA.
Per analisi HPLC/FLD: Si aggiunga uno riferimento contenente IPA a concentrazione nota alla soluzione campione. Se il tempo di ritenzione di un picco cromatografico cambia per più dello 0,50% del tempo di ritenzione dell'IPA più vicino, o se la forma del picco appare modificata (p.es., se compare un picco-spalla o un picco scisso), l'interferenza cromatografica è provata.

NOTA : Se la concentrazione dell'IPA nell'estratto è sufficientemente alta, la soluzione può essere analizzata di nuovo utilizzando il rivelatore ad assorbimento UV a reticolo di diodi (DAD). Registrando lo spettro UV del picco e confrontandolo con quello dell'IPA più prossimo puro, se differisce da questo per più del 10% la presenza d'una interferenza nel cromatogramma è dimostrata.

Occorre prestare molta attenzione alle interferenze che riguardano il BaA, i tre benzofluoranteni e il DBahA quando si opera in GC/MSD, o il BjF lavorando in HPLC/FLD (Allegato D). In specie, nel primo caso: il benz[a]antracene spesso non è del tutto separato dal crisene e può sovrapporsi al crisene deuterato, se questo è usato come riferimento interno o surrogato; la separazione di BbF,

BjF e BkF non è mai completa (comunemente, il BjF si sovrappone al BbF o al BkF); il DBahA si sovrappone, almeno in parte, al DBacA e al DBajA (Allegato E).
Se un'interferenza cromatografica è identificata nell'estratto, analizzare nuovamente il campione operando in diverse condizioni sperimentali e/o sottoporlo alla purificazione (p.es., Allegato D). Se ciò non è possibile, annotarlo nel registro dei campioni specificando la presenza dell'interferenza cromatografica.

14 Rapporto dei risultati

La presentazione dei risultati conterrà almeno le seguenti informazioni:
-il riferimento a questo metodo e alla normativa europea riferimento *UNI EN 15549:2008* da cui esso è stato adattato,
-l'identificazione completa del campione,
-il tipo di campionatore impiegato per le polveri sospese (e d'impattore inerziale),
-la descrizione del luogo di prelievo del campione,
-il tempo di campionamento (data e ora d'inizio e fine, durata),
-il volume d'aria aspirata,
-la pressione barometrica e temperature ambientale (valori medi),
-il tipo di filtro,
-il risultato dell'analisi, espresso in ng/m^3,
-le stranezze e particolarità notate durante il campionamento, la conservazione e le analisi di laboratorio,
-i limiti di rivelazione e di quantificazione,
-i valori di bianco per i filtri di laboratorio,
-i valori di bianco per i filtri di campo,
-la procedura d'analisi,
-le eventuali deviazioni dal metodo di protocollo (p.es., la diluizione di un estratto troppo ricco di IPA).

Allegato A

Applicabilità del metodo a ulteriori congeneri IPA

A.1 Generalità

Poiché gli IPA sono un gruppo di sostanze molto numerosa (comprendendo i derivati con gruppi alchile, nitrato, idrossido, ecc.), nonché i composti ad alto peso molecolare, sono centinaia), in principio la procedura può essere estesa ad altri congeneri, purché siano verificate le condizioni di QA/QC sia per il campionamento, sia per l'analisi chimica delle polveri. L'interesse principale rimane focalizzato sugli "IPA cancerogeni" elencati nel D. Lgs. 155/2010; tuttavia, in ragione delle tossicità e delle concentrazioni relative, si ritiene opportuna l'estensione delle indagini ai seguenti composti (i nitro-derivati sono in carattere corsivo):

a) cancerogeni:	(simbolo)
- dibenzo[a,e]pirene;	DBaeP
- dibenzo[a,h]pirene;	DBahP
- dibenzo[a,i]pirene;	DBaiP
- dibenzo[a,l]pirene;	DBalP
- 5-metilcrisene;	5MCH
- 7,12-dimetilbenzantracene	7.12DMBA
- *6-nitrocrisene*	*6NCH*

b) mutageni:	(simbolo)
- ciclopentapirene;	CPP
- crisene;	CH
- benzo[ghi]perilene;	BPE
- *2-nitrofluorantene;*	*2NFA*
- *1-nitropirene*	*1NPY*

c) riferimenti per la reattività atmosferica:	
- benzo[e]pirene;	BeP

Infatti:
- il gruppo *a)* comprende sostanze alle quali diversi Autori hanno associato potenze cancerogene paragonabili o maggiori a quella del benzo[a]pirene;
- i composti del gruppo *b)* sono potenti mutageni, anche quando la loro cancerogenicità non è sufficientemente provata;
- il benzo[e]pirene, IPA tra i più inerti in presenza di ozono e ossidanti, è utile per avere una stima indicativa della reattività atmosferica (p.es., calcolando il rapporto BaP/BeP).

Qualora si opti per l'estensione degli IPA da indagare è necessario adeguare l'analisi chimica strumentale, sia riguardo al recupero e separazione degli analiti, sia per la rivelazione e quantificazione.
P.es., operando in GC-MSD occorre: a) impiegare colonne separative che sopportino alte temperature d'eluizione (fasi termo-stabili) e risolvano gli isomeri d'interesse dagli altri; b)

registrare i segnali caratteristici dei dibenzopireni e insieme di una sostanza di riferimento adatta (p.es., coronene o dibenzopirene perdeuterati).

A.2 Potenza cancerogena degli IPA individuali

È risaputo che una miscela di sostanze tossiche non induce un effetto sanitario pari alla somma degli effetti associabili ai singoli componenti, poiché sopraggiungono fenomeni di sinergismo o d'antagonismo e anche il substrato, lo stato d'aggregazione e il contorno ambientale (umidità, luce, composizione) giocano ruoli importanti. Inoltre, l'effetto sanitario dipende dall'organo colpito e dalla "sensibilità" del segmento di popolazione interessato (bambini, anziani, persone a rischio o già compromesse in salute).

Tuttavia, per un approccio omogeneo alla valutazione della "qualità" o "tossicità" ambientale sembra necessario definire, in un prossimo futuro, indicatori e valori parametrici condivisi per effettuare le stime.

Manca tuttora (2012) un accordo sui valori della potenza cancerogena relativa degli IPA individuali, comparata con quella del BaP, poiché le ricerche sinora eseguite hanno prodotto risultati simili, ma non uguali. Infatti:

a) Tabella A.1 riporta i valori di potenza relativa degli IPA individuali, paragonati al BaP, come calcolati da diversi Autori o fissati da Organismi Nazionali ([9], Tabella 16):

Tabella A.1. Potenze relative degli IPA individuali (*toxicity equivalency factors* TEF), paragonati al BaP, come calcolate da diversi Autori o fissati da Organismi Nazionali.

IPA *Rif.*	*A*	*B*	*C*	*D*	*E*	*F*	*G*	*H*	*I*
BaA	0.013	0.145	0.1	0.00±0.04	0.1		0.014	0.005	0.06
BbF	0.08	0.14	0.1		0.1	0.06	0.11	0.1	0.11
BjF		0.061			0.1	0.05	0.045	0.05	0.03
BkF	0.04	0.066	0.1	0.03±0.09	0.1	0.04	0.037	0.05	0.035
BaP	*1*	*1*	*1*	*1*	*1*	*1*	*1*	*1*	*1*
IP	0.017	0.232	0.1	0.00±0.08	0.1	0.12	0.067	0.1	0.08
DBahA	0.69	1.11	5		0.4±1.1		0.89	1.1	0.69
CH	0.001	0.0044	0.001	0.05±0.89	0.01		0.026	0.03	
BPE		0.022	0.01	0.01±0.03			0.012	0.02	
CPP		0.023					0.012	0.02	
DBaeP					1		1	0.2	
DBahP					10		1.2	1	
DBaiP					10		1.2	1	
DBalP					10		100	1	
5-MCH					1				
7.12DMBA					21.8-65				
1NPY					0.1				
6NCH					10				

Nota : I TEF sono stati stimati anche per altri IPA (p.es. fenantrene, 0.0005±0.01; antracene, 0±0.01; fluorantene, 0±0.06; pirene, 0±0.08); non sono riportati in Tabella in quanto gli IPA sono perlopiù presenti allo stato gassoso in aria. Alcuni IPA derivati eterociclici (dibenzacridine, dibenzocarbazolo) e i dinitro-IPA, quantunque cancerogeni, quasi mai raggiungono in aria concentrazioni significative.

Secondo la normativa ambientale vigente, il monitoraggio degli IPA diversi dal BaP è richiesto principalmente per verificare che i rapporti di concentrazione (e di conseguenza le "impronte digitali") si mantengano costanti nel tempo. Qualora ci fosse convergenza sui TEF attribuiti ad ogni IPA, la "qualità" dell'aria potrebbe essere indicizzata attraverso la somma dei contributi dei singoli composti; alternativamente si potrebbe associare alla misura del BaP quella di un numero molto piccolo di congeneri che risultassero contribuire significativamente al valor complessivo e che mostrassero ampia variabilità di abbondanza relativa rispetto al BaP.

b) Stando alle stime di rischio per l'esposizione al BaP (1.0 ng/m^3 per 70 anni), abbiamo ([10]):
- in base ad esperimenti condotti su animali, $4.2 * 10^{-6}$ unità di rischio (media geometrica);
- in base a studi epidemiologici, $82 * 10^{-6}$ unità di rischio (media geometrica).

Finché il calcolo della "cancerogenicità complessiva associata agli IPA è limitato ai sette congeneri "classici", il contributo percentuale del BaP risulta compreso mediamente tra il 30% e il 60%, in funzione del sito e della stagione. Perciò, per fini "prudenziali" si può supporre che gli IPA diversi dal BaP diano cumulativamente un contributo paragonabile a quello del BaP da solo. Invece, mancano quasi del tutto misure in aria dei congeneri "cancerogeni" dei dibenzopireni e dei loro numerosi isomeri, dei quali peraltro non sono completamente quantificati gli effetti sanitari; perciò, s'ignora il contributo di questi alla tossicità ambientale.
Manca anche un approccio condiviso per computare anche gli effetti mutagenici (che includerebbe altri IPA nell'elenco). P.es., i test originariamente effettuati su colture batteriche sono progressivamente sostituiti con analoghi eseguiti su cellule umane, che forniscono risultati quantitativamente e qualitativamente diversi.

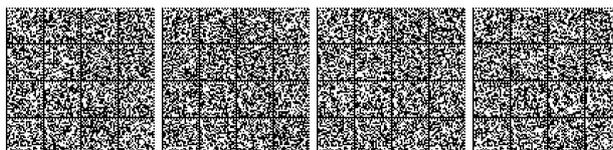
Allegato B

Metodi d'estrazione di IPA da campioni di polveri atmosferiche
(esempi di condizioni sperimentali)

B.1 Generalità
Le condizioni d'estrazione con solvente descritte in questo Allegato sono state sperimentate in test di valutazione di laboratorio e di campo per la normativa riferimento europea per il benzo[a]pirene *UNI EN 15549* (par.10.2).
Se in sospensione o sul fondo del recipiente si osservano particelle o materiale del filtro dopo il processo d'estrazione, l'estratto è filtrato utilizzando un filtro appropriato, p.es. lana di vetro o lana di cotone preventivamente lavata. Allo scopo d'evitare perdite di campione durante la filtrazione, il materiale filtrante sia risciacquato a sufficienza con un solvente appropriato.

B.2 Estrazione in riflusso
Il filtro (o set di filtri) è tagliato a pezzetti o fini losanghe. Le porzioni del filtro sono adagiate in fondo al recipiente dell'apparato d'estrazione (*vessel*). Circa 7 ml di toluene sono aggiunti e il filtro a pezzetti è estratto per 1 h. Dopo raffreddamento, la soluzione è trasferita in un tubo da saggio con una pipetta di tipo Pasteur. Il vessel d'estrazione è risciacquato tre volte con circa 3 ml di toluene e le soluzioni di lavaggio sono aggiunte all'estratto. La soluzione è concentrata sotto flusso d'azoto, a temperatura ambiente, fino a un volume adatto (p.es., 1,0 ml) per l'analisi GC/MSD. Se l'analisi è eseguita in HPLC/FLD il solvente è cambiato per aggiunte e successive evaporazioni, finché il residuo finale è disciolto in 1,0 ml d'acetonitrile.

B.3 Estrazione in soxhlet
Ogni filtro o gruppo di filtri è trasferito in un estrattore di tipo soxhlet mediante pinzette pulite con solvente. I filtri sono estratti con circa 200 ml di toluene, per non meno di 20 h. Ogni estrattore è avvolto in fogli d'alluminio per ridurre l'intensità di luce che colpisce il campione e per mantenere caldo il sistema, favorendo così il ciclo d'estrazione (aumentandone la frequenza). Dopo il raffreddamento del solvente, l'estrattore è rimosso e tutto ilo solvente è raccolto nel pallone a fondo sferico. La soluzione è concentrata sotto azoto fino a un volume adatto (p.es., 1,0 ml), oppure fino a secco e ripresa con un altro solvente nei casi in cui l'analisi strumentale sia eseguita per GC/MSD. Se l'analisi è compiuta in HPLC/FLD il solvente è modificato, agendo con cura, per aggiunte e successive evaporazioni (par.10.2), finché il residuo finale è disciolto in 1,0 ml d'acetonitrile.

B.4 Estrazione a micro-onde
L'estrazione è compiuta mediante un sistema a digestione a micro-onde. Per essere sicuri del corretto svolgimento dell'operazione, rispettare le istruzioni del Costruttore. I filtri sono trasferiti in recipienti di PTFE in cui sono aggiunte quantità opportune di solvente (p.es., 15 ml). Dopo l'estrazione, tutti i recipienti sono raffreddati a temperatura ambiente prima d'essere aperti. Gli estratti sono filtrati e concentrati sotto flusso d'azoto fino a un volume adatto (p.es., 1,0 ml) per l'analisi GC/MSD. Se l'analisi è eseguita in HPLC/FLD, agendo con cura il solvente è modificato per aggiunte e successive evaporazioni (par.10.2), finché il residuo finale è disciolto in 1,0 ml d'acetonitrile.

ESEMPIO: L'estrazione è compiuta a 400 W di potenza, per 20 min (8 campioni in contemporanea).

B.5 Estrazione accelerata con solvente (tipo ASE o PFE)

Perché l'estrazione sia compiuta in maniera corretta, seguire fedelmente le istruzioni del Costruttore. Sabbia o biglie di vetro borosilicato possono essere usate per ridurre il volume di solvente necessario per riempire la cella d'estrazione.

Il filtro (o gruppo di filtri) è collocato nella cella d'estrazione ed estratto con diclorometano a 120°C, 140 bar per 5 min. L'estrazione è ripetuta tre volte e gli estratti sono ricombinati automaticamente dall'apparecchio. La soluzione è concentrata sotto flusso d'azoto fino a un volume adatto (p.es., 1,0 ml) per l'analisi GC/MSD. Se l'analisi è eseguita in HPLC/FLD, agendo con cura il solvente è modificato per aggiunte e successive evaporazioni (par.10.2), finché il residuo finale è disciolto in 1,0 ml d'acetonitrile.

NOTA : Poiché il trattamento a pressione e temperatura può, in linea di principio, decomporre in parte i composti più reattivi (p.es. il BaP), con l'ASE di consiglia d'usare una soluzione di riferimento interno per ogni analita (il suo omologo). Allo scopo, sono reperibili in commercio sia soluzioni in miscela di IPA perdeuterati, sia materiali di riferimento puri individuali.

B.6 Bagno a ultrasuoni

Ogni filtro o set di filtri è tagliato, se necessario, in pezzetti o strisce sottili, collocato in beaker, coperto con il solvente ed estratto in un bagno ultrasonico per 15 min. L'estratto è filtrato (par.B.1) e il residuo della filtrazione è rimesso nel beaker e nuovamente estratto. La procedura è ripetuta ancora una volta e i tre estratti sono combinati. La soluzione risultante è concentrata sotto flusso d'azoto a un volume appropriato di solvente (p.es., 1,0 ml) per l'analisi GC/MSD. Se necessario ai fini dell'analisi strumentale, con successive evaporazioni e ridissoluzioni si opera il cambio di solvente. Se l'analisi è eseguita in HPLC/FLD, agendo con cura il solvente è modificato per aggiunte e successive evaporazioni (par.10.2), finché il residuo finale è disciolto in 1,0 ml d'acetonitrile.

NOTA:L'efficienza dell'ultrasonicazione dipende fortemente dalla potenza dell'estrattore, nonché dalla miscela solvente adottata. I risultati di test di laboratorio specifici indicheranno se, nelle condizioni operative adottate, un solo ciclo d'estrazione sia sufficiente per recuperare gli IPA d'interesse dal substrato.

B.7 Solventi raccomandati per l'estrazione degli IPA

Tabella B.1 elenca i solventi raccomandati per l'estrazione degli IPA dalle polveri atmosferiche.

Tabella B.1 – Solventi raccomandati

metodo d'estrazione	solvente
estrazione sotto riflusso	toluene
estrazione in soxhlet	toluene, esano/acetone (1:1), diclorometano
estrazione a micro-onde	esano/acetone (1:1)
ASE	toluene, diclorometano, diclorometano/esano 1:1
estrazione in bagno ultrasonico	diclorometano, toluene, acetonitrile, esano/acetone (40:60); diclorometano/acetone (4:1)

NOTA:Solventi privi di stabilizzante possono contenere impurezze reattive come perossidi, acidi o radicali liberi. Durante il test di campo, per esempio, l'estrazione di filtri di campo operata con l'ASE e diclorometano può causare la degradazione del BaP e del BaA, se non si usa sabbia per ridurre il volume di solvente. L'estrazione in soxhlet di polveri atmosferiche può causare perdite di riferimento surrogato, nel caso d'impiego di benz[a]antracene-d_{12}, in percentuali comprese tra 0% e 50%. In tutti i casi, l'entità della degradazione del campione non è costante e non è applicabile un "fattore di correzione" fisso; d'altra parte, la degradazione di IPA di solito non è osservata nel caso in cui si processi il materiale di riferimento certificato (CMR NIST 1649a; SRM NIST 2786, 2787). Per risolvere il problema, la procedura d'estrazione deve essere valutata con molta cura utilizzando filtri bianchi, drogati con una quantità nota di IPA, oppure mediante filtri di campo contenenti quantità note di IPA se s'impiegano nuovi solventi. In alternativa, il metodo adottato deve essere confrontato con un'altra procedura d'estrazione per verificarne le prestazioni (par.6.3.1).

Allegato C

Purificazione dell'estratto organico di polveri
(esempio di procedura)

C.1 Generalità

La procedura di purificazione descritta in quest'allegato è stata usata nel test di validazione per la normativa riferimento europea *UNI EN 15549*.

C.2 Reagenti e materiali

C.2.1 Solventi organici

par.6.3.

C.2.2 Cartucce d'estrazione in fase solida (SPE): generalità

Per la purificazione, utilizzare cartucce ad alto grado di purezza, di silice ovvero di silice ricoperta con cianopropilsilano. Cartucce da 1 g sono adatte allo scopo.

C.2.3 Cartucce d'estrazione in fase solida (SPE): procedura operativa

La cartuccia è condizionata con 6 ml di *n*-esano. L'estratto campione, diluito in esano, è trasferito nella cartuccia e le sostanze interferenti sono eliminate eluendo con 6 ml di esano. Eluendo ancora con 6 ml di una miscela *n*-esano:diclorometano 40:60 in volume, si raccolgono gli IPA. Il solvente di questa frazione è cambiato con cautela sotto flusso d'azoto in n-esano (par.8.2) e il residuo finale è portato a un volume opportuno di solvente per l'analisi strumentale, per es. a 1 ml con *n*-esano.

NOTA :Il volume di 6 ml di miscela n-esano:diclorometano (40:60 v/v) è stato utilizzato, nei test di validazione del riferimento UNI EN 15549 [1], per il recupero del BaP. Nell'applicazione di questa procedura agli IPA, ogni laboratorio d'analisi dovrebbe verificare che il volume indicato sia idoneo per il recupero di tutti gli IPA da determinare.

C.2.4 Cromatografia su colonna (CC): generalità

Per la purificazione si può ricorrere alla cromatografia su colonna, impiegando silice o allumina (basica/neutra) come fase adsorbente. L'estratto delle polveri atmosferiche, trasferito su colonna, è eluito in successione con solventi di polarità crescente. Composti apolari (idrocarburi alifatici, policlorobifenili) e sostanze molto polari sono eluiti rispettivamente prima e dopo gli IPA. La "frazione degli IPA" è ridotta quasi a secco, ridisciolta in opportuno solvente e trasferita all'analisi chimica strumentale.

C.2.5 Cromatografia su colonna (CC): procedura operativa

Un esempio applicativo è il seguente: 6 g di allumina neutra per cromatografia Brockmann (precedentemente attivata a 235°C per 16 h e parzialmente disattivata con acqua al 2,5% in peso) sono collocati in una colonna dotata di setto poroso in vetro (C.i. = 9 mm, h = 300 mm). La colonna cromatografica è dilavata con 10 ml d'isoottano (iC_8). Si trasferisce l'estratto campione (disciolto in ~250 µl di isoottano) in testa alla colonna (scartando l'eluito); si operano ancora tre lavaggi con 250 µl di iC_8 e due da 1.0 mL, scartando ancora l'eluito. Si eluisce la colonna con 6 ml

di iC_8, che si scartano. La provetta di raccolta dell'estratto campione è sciacquata con una miscela di *n*-esano (nC_6) e diclorometano (DCM) (60:40 in volume), procedendo analogamente al lavaggio con isoottano. La colonna è eluita con 9 ml di nC_6/DCM e l'eluito (contenete gli IPA cancerogeni) è raccolto. L'eluito è ridotto a secco con cautela sotto flusso d'azoto (par.8.2) e il residuo finale è portato a un volume opportuno di solvente per l'analisi strumentale, per es. a 1 ml con toluene.

Allegato D

Esempi di parametri operativi adatti per l'analisi strumentale degli IPA

Le caratteristiche strumentali e le condizioni operative appresso riportate non sono da considerarsi normative ma come esempi applicativi. P.es., è possibile utilizzare colonne per HPLC di lunghezza, diametro e granulometria diversi, oppure colonne GC capillari DB1-, DB5-, DB1701-simili, con varie combinazioni di lunghezza, diametro interno e spessore di fase.

D.1 HPLC/FLD

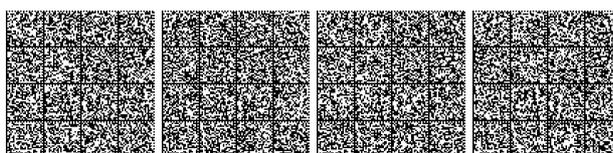
- Colonna HPLC: di tipo RP-C_{18}, 250 mm x 4,6 mm ovvero 150 mm x 2.1 mm
- Iniettore: *loop* tarato di precisione da 20 µl, 10µl o 5 µl
- Temperatura dell'alloggiamento: 30 °C ± 1 °C
- Fase mobile: miscela d'acetonitrile e acqua, in gradiente:
  a t = 0 min, acqua 30%, acetonitile 70%;
  a t = 3 min, acqua 25%, acetonitile 75%;
  a t = 10 min, acqua 0%, acetonitrile 100%;
  a t = 15 min, acqua 0%, acetonitrile 100%.
- Velocità di flusso: 1,5, 1,2 o 1,0 ml/min (in ragione delle dimensioni della colonna separativa e del programma analitico ottimizzato)

Tabella D.1 riporta le lunghezze d'onda d'eccitazione e d'emissione adatte per l'identificazione e misura degli IPA.

Tabella D.1 — Esempi di lunghezze d'onda d'emissione e d'eccitazione per l'analisi HPLC degli IPA cancerogeni (λ_e = d'eccitazione; λ_f = d'emissione in fluorescenza)

Composto/i	$\lambda_{e,1}$ (nm)	$\lambda_{f,1}$ (nm)	$\lambda_{e,2}$ (nm)	$\lambda_{f,2}$ (nm)
BaA, 6-metilcrisene, crisene	275	390	270	390
BaP, BeP (valide anche per BbF e BkF)	260	415	290	430
DBahA, BPE	297	405	290	430
IP	250	500	370	460
BjF	382	517	300	512
DBaeP	302	394	357	442
DBahP	297	431	329	457

NOTA: Poiché la risposta strumentale ad una λ prefissata dipende dalla natura del composto (può differire per un fattore ≥20 per specie isomere), il limite di rivelabilità deve essere calcolato nelle condizioni operative selezionate.

Per l'analisi HPLC-DAD, si possono selezionare lunghezze d'onda d'assorbimento eguali a 290 nm o 385 nm.

D.2 GC/MSD

D.2.1 Parametri adatti per la separazione GC

- Colonna GC: Colonna capillare in silice fusa di tipo siliconico (30 m x 0,25 mm ID x 0,25 µm spessore di film, fase 5%fenil,95%metil-polisilossano legato chimicamente al substrato)
- Carrier gas: Elio (con purezza minima 99,999 %)
- Temperatura del forno: Programma di temperatura con doppia rampa:
  iniziale: 120°C for 2 min (solvente: toluene)
  1° gradiente di T: +5°C/min fino a 300°C, + isoterma per 25 min
  2° gradiente di T: 20°C/min fino a 320°C + isoterma per 5 min;
  oppure:
  iniziale: 60 °C for 1.5 min (cloroformio)
  1° gradiente di T: +15°C/min fino a 180 °C, + isoterma per 2 min
  2° gradiente di T: +4°C/min fino a 280°C + isoterma per 20 min
  3° gradiente di T: +10°C/min fino a 300°C + isoterma 5 min.
- Flusso: flusso costante (controllato elettronicamente), 1,0 ml/min
- Modalità d'iniezione: *splitless* o "*cold-on-column*".

D.2.2 Parametri operativi proposti per l'identificazione/quantificazione MSD

D.2.2.1 MS a quadrupolo

- Modalità: *Selected Ion Monitoring* (SIM)
- Temperatura del *transfer line*: 300 °C
- Temperatura dell'*ion source*: superiore a 180 °C
- Energia dell'*ion source* 70 eV

D.2.2.2 MS a trappola ionica

- Temperatura dell'*ion source*: 250 °C
- Temperatura del *transfer line*: superiore a 270 °C
- Modalità: SIM
- Energia dell'*ion source* 70 eV
- *Trap offset*: 10
- Corrente d'emissione: 250 µA
- Ioni di registrazione (m/z) Tabella C.2

I rapporti m/z caratteristici degli IPA target e utilizzabili per l'identificazione e quantificazione sono mostrati in Tabella D.2.

Tabella D.2 — Ioni molecolari e rapporti massa/carica caratteristici (ioni frammento) caratteristici dei sette "IPA cancerogeni" e di congeneri tossici o rilevanti

Composto	ione primario (molecolare)	ione secondario $(m/z)_1$	ione secondario $(m/z)_2$	ione secondario $(m/z)_3$
BaA-d_{12}	242	243	121	
CH-d_{12}	264	265	132	
BaA	228	114	229	226
CH	228	114	229	226
BaP-d_{12}	264	265	132	
PE-d_{12}	264	265	132	
BbF	252	253	126	250
BjF	252	253	126	250
BkF	252	253	126	250

BaP	252	253	126	250
BeP	252	253	126	250
PE	252	253	126	250
BPE-d_{12}	288	289	144	
DBahA-d_{14}	292	293	146	
IP	276	138	274	
DBahA	278	139	279	
BPE	276	138	277	274
CPP	226	227	113	224
5MCH	242	228	216	
CO-d_{12}	312	313	155	
DBaiP-d_{12}	316	317	158	
CO	300	301	150	298
DBaeP	302	303	151	300
DBahP	302	303	151	300
DBaiP	302	303	151	300
DBalP	302	303	151	300

D.3 Interferenze

D.3.1 Metodo basato sull'HPLC/FLD

Il BjF non è mai del tutto separato dal BeP quando s'impiega la miscela acetonitrile/acqua per la separazione degli IPA in HPLC. Anche variando il programma di solvente l'impasse della separazione del BjF non è risolta, poiché esso coeluisce in parte col BbF. Per la sua determinazione sarebbe opportuno l'impiego di due lunghezze d'onda ottimali per l'eccitazione e l'emissione (rispettivamente, λ = 382 nm e 517 nm); in queste condizioni, la coeluizione con il BeP non inficia il risultato analitico del BjF; tuttavia si perde il dato relativo al BeP, che potrebbe interessare. In alternativa, per evitare di duplicare le analisi chimiche al solo scopo di valutare il BjF, si possono impiegare due rivelatori in linea (FD+UV), previa opportuna selezione delle rispettive λ operative. Alle lunghezze d'onda indicate in Tabella D.1 per la misura dei benzopireni e degli altri due benzofluoranteni, la fluorescenza del BjF è trascurabile.

A titolo di esempio, adottando la combinazione di FLD e UVD (DAD) (λ_{ecc} = 260 nm, λ_{em} = 420 nm; λ_{abs} = 224 nm) è possibile identificare e quantificare i tre benzofluoranteni.

Nota: Se si utilizza la tecnica HPLC-FD/UVA, la risposta del benzo[j]fluorantene risulta notevolmente inferiore. Pertanto, il limite di rivelabilità per questo composto per la procedura applicata (qualora si voglia discriminare dagli isomeri BbF e BkF) deve risultare migliore di 0.2 ng/m^3.

D.3.2 Metodo basato sulla GC/MS

Usando una colonna con fase stazionaria DB5, DB5-MS, SE-52, SE-54 o simili (5% difenil, 95% dimetil-polisilossano), tipo comunemente usato per l'analisi degli IPA, prestare speciale attenzione alle interferenze che potrebbero inficiare la determinazione di BaA e DBahA, nonché dei benzofluoranteni.

In particolare:

D.3.2.1 BaA

Il benz[a]antracene potrebbe non essere completamente risolto dal ciclopenta[*cd*]pirene (CPP), molecola di massa 226 il cui ione primario si sovrappone a un possibile ione secondario del BaA

(m/z = M-2), e neppure dal crisene (CH) e/o trifenilene (TR), composti con la stessa massa molecolare del BaA. Infine, anche uno ione secondario del crisene deuterato ($CH-d_{12}$, massa molecolare 240, [M-12] = 228), se assai più abbondante del BaA, potrebbe interferire. Pertanto, occorre verificare preventivamente che la colonna selezionata, nelle condizioni operative adottate, non presenti interferenze significative nell'analisi del BaA.
Qualora fosse necessario, l'analisi può essere ripetuta utilizzando una fase stazionaria diversa, quali DB-17, DB1701, BPX-50, DB-13, ecc.: fasi con maggiore contenuto di sostituente fenile, o comunque con polarità diversa dalla DB-5. P.es., su una colonna di DB-17 l'eluizione del CPP è ritardata rispetto al BaA.

D.3.2.2 BbF+BjF+BkF
Usando una colonna di tipo DB-5, I tre composti non sono risolti; perciò, vanno quantificati cumulativamente (il loro contenuto è espresso come totale).
I tre BFs possono essere separati, almeno in due gruppi (BbF, BjF+BkF; oppure BbF+BkF, BkF) cambiando colonna capillare, p.es., adottando fasi di tipo DB17, BPX-50 o simili (colonne di DB-17 e DB-1701 lunghe 60 m separano completamente i tre composti: l'isomero BjF è eluito per ultimo). Più di recente, sono state commercializzate colonne in grado di separare tutti e tre gli isomeri (fasi miste o a cristalli liquidi: ci si può riferire ai cataloghi delle Ditte specializzate).

D.3.2.3 DBahA e IP
L'indeno[1,2,3-cd]pirene e il dibenz[a,h]antracene possono apparire non completamente separati (il segnale m/z = 276 corrisponde sia allo ione molecolare dell'IP che allo ione secondario m/z =M-2 del DBahA). Una Colonna di tipo DB-5 riesce a separare completamente le due sostanze, tuttavia il DBahA coeluisce con l'isomero DBacA, fatto che causa la sovrastima del DBahA. Generalmente un altro isomero, il DBajA, non si sovrappone al DBahA.
Se è opportuno, in altre parole se la sovrastima di DBahA è critica per valutare la soddisfazione di requisiti di qualità dell'ambiente, il DBahA può essere separato dalle interferenze utilizzando una Colonna di tipo BPX-50 o DB17; in questo caso il DBahA è anticipato rispetto all'IP e separato dal DBacA, ma occorre prestare attenzione all'IP poiché quest'ultimo coeluisce con il DBacA: il segnale m/z = [M-2] interferisce con lo ione primario dell'IP. Se invece si usa una colonna di tipo DB-17MS, l'IP e il DBahA coeluiscono e il DBacA è separato dalla coppia IP+DBahA.

NOTA: La separazione tra isomeri in linea di principio migliora aumentando la lunghezza della colonna (p.es., utilizzando una "60 m" invece di una "30 m") o diminuendone la larghezza (0.18÷0.20 mm) al fine di aumentare il numero di piatti cromatografici. Tuttavia, questo artificio non sempre è applicabile nella pratica e/o dilata i tempi d'analisi.

NOTA:Le colonne con fasi DB-17MS e BPX-50 sono esempi di prodotti facilmente reperibili in commercio, di tipo universalmente conosciuto e identificate con le rispettive sigle senza alcun riferimento diretto alle Ditte che le producono e/o commercializzano. Colonne di caratteristiche equivalenti che portano altre sigle o etichette commerciali sono reperibili in letteratura e nei cataloghi delle Ditte produttrici e di legali rappresentanti di zona o esclusivi. L'utilizzatore potrà scegliere secondo opportunità il tipo di colonna o i tipi di materiale necessari per l'esecuzione delle analisi.

Allegato E

Indicatori di qualità e contributi dell'incertezza di misura degli IPA atmosferici

E.1 Generalità

La Tabella 1A/D (par.12.2) elenca le variabili che determinano l'incertezza complessiva della misura degli IPA atmosferici. Per ognuna di esse, l'incertezza specifica è funzione delle equazioni/funzioni utilizzate per la misura. Si riportano appresso alcuni esempi.

E.2 Volume di campionamento

Qualora non siano disponibili o non si vogliano applicare le specifiche di qualità della misura del volume di campionamento fornite dal Costruttore del sistema di prelievo di polveri sospese, l'incertezza può essere determinata nel modo seguente:
Il volume d'aria filtrata (V_{camp}) è espresso, in funzione della velocità di flusso d'aspirazione, da:

$$V_{camp} = \varphi_{camp} * t \quad (E.1)$$

dove:

φ_{camp} = velocità di flusso d'aspirazione;
t = intervallo di campionamento.

Il flusso d'aspirazione è caratteristico dello strumento (regolato automaticamente o manualmente), appropriato affinché l'impattore raccolga selettivamente la frazione PM10 sul filtro. La velocità d'aspirazione effettiva è determinata eseguendo due misure agli estremi dell'intervallo di campionamento (pari a 24 h), ovvero:

$$\varphi_{camp} = 0.5 * (\varphi_{in} + \varphi_{fin}) \quad (E.2)$$

laddove φ_{in} e φ_{fin} rappresentano rispettivamente i flussi misurati all'inizio e al termine della prova.

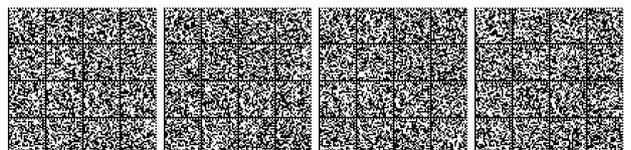
L'incertezza della misura del volume d'aria campionato è funzione delle incertezze relative a: *1)* le velocità di flusso d'aspirazione; *2)* l'intervallo di campionamento.

E.2.1 Contributo del flusso di prelievo

L'incertezza della misura della velocità d'aspirazione è calcolata sulla base della "qualità" della lettura del flussimetro. Quest'ultima può essere dedotta da un certificato di taratura dello strumento, se la taratura soddisfa i requisiti di riferibilità fino a riferimento primari di flusso. L'incertezza è espressa dalla relazione:

$$u(\varphi_{camp}) = \sqrt{u_{cal}^2 + 2 * u_{eff}^2} \quad (E.3)$$

dove:

$u(\varphi)$ = incertezza tipo della misura del flusso;
u_{cal} = incertezza associata alla taratura del flussimetro usato per determinare φ;
u_{eff} = incertezza della misura individuale del flusso, dipendente dalla risoluzione delle letture di pressione nello strumento adottato.

E.2.2 Contributo dell'intervallo di misura
Il periodo di campionamento (t) può essere misurato con un'incertezza ≤ 0.5 min. Considerando che il singolo intervallo di prelievo è pari a 24 h, l'incertezza relativa è inferiore a 0.03% e trascurabile rispetto alle altre fonti d'errore.

E.2.3 Contatore volumetrico
Numerosi strumenti di campionamento delle polveri sospese sono equipaggiati, oltre al flussimetro e al cronometro, anche d'un contatore integrale di volume. In questo caso, il volume effettivo d'aria filtrata (V_{eff}) è dato da:

$$V_{eff} = V_{fin} - V_{in} \quad \text{(E.4)}$$

ovvero dalla differenza tra i volumi registrati al termine (V_{fin}) e all'inizio (V_{in}) della prova. Due elementi contribuiscono a determinare l'incertezza complessiva di V_{eff}, ovvero l'incertezza di ogni singola lettura V_{in}, V_{fin} (dipendente dalla risoluzione di lettura del contatore), e l'errore intrinseco del contatore volumetrico (differenza tra il volume effettivamente campionato e volume letto). Quest'ultimo è deducibile dai certificati di taratura dello strumento forniti dal Costruttore; inoltre, esso risulta inferiore all'errore di lettura di V_{fin} e V_{in}, soprattutto quando la lettura è eseguita manualmente. Poiché $u(V_{fin}) = u(V_{in})$, se ne deduce:

$$u(V_{eff}) = \sqrt{(u^2(V_{fin}) + u^2(V_{in}))} \quad \text{(E.5)}$$

E.3 Efficienza di recupero
L'efficienza di recupero di ciascun IPA è ottenuta da non meno di sei (tipicamente dieci) misure replicate del medesimo composto in un materiale di riferimento *certificato* (CRM) o riferimento (*SRM*). L'incertezza associata all'estrazione incompleta dell'IPA i-esimo è funzione di: 1) l'incertezza calcolata per l'IPA i-esimo nel CRM/SRM; 2) lo scarto tipo del recupero medio; 3) la quantità media determinata.

Al riguardo, si applica la formula (E.6):

$$\frac{u(R_i)}{Ri} = \sqrt{\frac{u^2(m_{RM,i})}{m_{RM,i}^2} + \frac{s^2(m_{E,i})}{n_i * m_{E,i}^2}} \quad \text{(E.6)}$$

dove:
- $m_{RM,i}$ = massa certificata dell'IPA *i*-esimo nel CRM/SRM;
- $s(m_{E,i})$ = scarto tipo dei risultati di misura replicata della massa dell'IPA i-esimo (che tiene conto dell'efficienza d'estrazione);
- n_i = numero delle repliche di misura dell'IPA *i*-esimo nel CRM/SRM.

Il valore della grandezza $s(m_{E,i})$ può essere usato come indice dell'incertezza associata alla ripetibilità analitica (u_{an}), espressa dalla formula (E.7):

$$u_{an}^2 = \frac{s^2(m_{E,i})}{m_{E,i}^2} \quad . \quad \text{(E.7)}$$

Per il BaP:

$$\frac{u^2(R_{BaP})}{R_{BaP}^2} = \frac{u^2(m_{RM,BaP})}{m_{RM,BaP}^2} + \frac{s^2(m_{E,BaP})}{n_i * m_{RM,BaP}^2} \quad \text{(E.6a)}$$

e:

$$u_{an}^2 = \frac{s^2(m_{E,BaP})}{m_{E,BaP}^2} \quad . \qquad \text{(E.7a)}$$

E.4 Massa dell'IPA *i*-esimo raccolta

Per la determinazione della massa di ciascun IPA raccolta con le polveri sospese, occorre tener conto sia dell'efficienza di campionamento del PM10, sia della stabilità chimica dell'IPA (ossia del suo grado di conservazione tra il momento della raccolta e quello dell'analisi chimica).

E.4.1 Efficienza di campionamento

Quando il flusso è regolato in accordo alle specifiche del campionatore per la raccolta della frazione PM10 dall'aria ambiente l'efficienza del campionamento delle polveri è assunta pari al 100%.

E.4.2 Stabilità del campione

La stabilità del campione (A_i per l'IPA *i*-esimo) deve essere determinata sperimentalmente, per la conservazione in condizioni micro-ambientali tipiche dello specifico laboratorio d'analisi (p.es., in regime di temperatura e umidità controllate, nonché di concentrazioni d'ossidanti, luminosità e immagazzinamento ridotti al minimo).

I test (o parte di essi) siano eseguiti a livelli di BaP (e di IPA cancerogeni) equivalenti a concentrazioni ambientali pari a 1 ng/m^3.

All'inizio e al termine dell'immagazzinamento, si dovrà sottoporre ad analisi chimica un numero di campioni *n* non inferiore a quello necessario per verificare le condizioni di ripetibilità ($n > 5$). In entrambi i casi i campioni saranno prelevati in modo casuale da un batch di campioni rappresentativi, al fine di minimizzare qualsiasi differenza sistematica nelle concentrazioni. Il t-test sarà utilizzato per verificare la stabilità o instabilità degli IPA (al 95% di confidenza, *"two-sample")*.

L'incertezza nella determinazione della stabilità è composta da quattro contributi:

- l'estrazione (frazione casuale dell'efficienza di recupero);
- la taratura (frazione casuale della taratura strumentale);
- precisione analitica;
- inomogeneità del batch di campioni selezionati come "rappresentativi".

Come tale, ammesso che il t-test non presenta significative differenze tra i risultati analitici prima e dopo l'immagazzinamento, il contributo della stabilità di ciascun analita non sarà preso in considerazione, poiché sarà già incorporato negli altri contributi.

La quantità dell'IPA *i*-esimo ($m_{F,i}$) presente sul filtro di raccolta delle polveri sospese è data dalla formula:

$$m_{F,i} = \frac{m_{ex,i}}{S_i * A_i} \qquad \text{(E.8)}$$

dove:

$m_{ex,i}$ = quantità dell'IPA i-esimo nell'estratto organico;
S_i = efficienza di campionamento dell'IPA i-esimo;
A_i = stabilità dell'IPA i-esimo nel campione (frazione residua dopo il campionamento).

Pertanto, l'incertezza di massa è funzione dei singoli contributi associati ai tre parametri.

Per il BaP, in particolare:

$$m_{F,BaP} = \frac{m_{ex,BaP}}{s_{BaP} * A_{BaP}} \quad . \qquad \text{(E.8a)}$$

NOTA: rispettando i limiti massimi cronologici e le condizioni di conservazione dei campioni, i coefficienti Ai possono in prima approssimazione considerarsi unitari per tutti gli IPA cancerogeni.

E.4.3 Quantità di IPA cancerogeni presente nell'estratto delle polveri atmosferiche

Per la misura della quantità di BaP o di ogni altro IPA analita nell'estratto del campione ($m_{"E,i"}$ al par. E.3) si usano correntemente tre metodi:

1. metodo del riferimento esterno (ES): al par.10.1.1
2. metodo del riferimento interno (IS): al par.10.1.2
3. metodo del riferimento surrogato (SS): al par.10.1.3 e al par.10.2.

E.4.3.1 Metodo del riferimento esterno (o "riferimento esterno")

Quando si applica il metodo del riferimento esterno, l'incertezza complessiva della misura è determinata dai contributi dei seguenti parametri: *a)* l'incertezza delle concentrazioni delle sostanze di riferimento usate per la taratura; *b)* la *lack-of-fit* della funzione di taratura; *c)* la deriva della risposta del rivelatore tra le tarature; *d)* la ripetibilità dell'analisi; *e)* la selettività del sistema cromatografico.

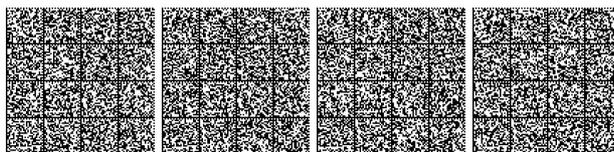
Riguardo agli riferimento di taratura, concentrazioni note di BaP e di ciascun IPA cancerogeno determinando dissolte in un opportuno solvente sono impiegate per stabilire i relativi fattori di risposta (assoluti o relativi rispetto ai riferimenti interni o surrogati). L'incertezza della concentrazione di ciascun IPA nella soluzione di taratura è data da: a) la purezza dell'analita in forma solida (può essere trascurata quando è certificata superiore o uguale al 99%); b) la frazione di massa della sostanza pura nel solvente utilizzato per preparare le soluzioni di riferimento di taratura; c) i pesi o i volumi dei composti e delle soluzioni, sia riguardo alla lettura del dato numerico, sia per l'errore intrinseco degli strumenti (bilance, vetreria graduata, ecc.). Poiché per la taratura di più IPA si usano di solito soluzioni di miscele ottenute dissolvendo più sostanze pure di riferimento solide separatamente e unificandole, è necessario verificare che ogni composto puro non contenga tracce di congeneri o di interferenti di questi. P.es., crisene puro non può contenere tracce di benz[a]antracene né di trifenilene.

Per ragioni di costi o di produttività, può essere conveniente servirsi direttamente di stock di soluzioni di taratura. In questo caso, le concentrazioni degli IPA analiti devono essere indicate da documenti che certifichino la riferibilità delle soluzioni adottate allo scopo a riferimenti internazionalmente accettati.

La funzione di taratura è ricavata di solito per regressione. Se si adottano soluzioni di taratura in cui le concentrazioni o le quantità di BaP e IPA differiscono per intervalli uguali è possibile usare la regressione dei minimi quadrati, altrimenti occorre adottare modelli di regressione pesata. Un fattore di normalizzazione adatto è lo scarto tipo della risposta misurata. Qualora si abbiano misure singole per ogni livello di concentrazione, la concentrazione stessa è un fattore di normalizzazione appropriato. Per saggiare la "qualità" della regressione, il residuo relativo (δ_i) può essere calcolato per ogni livello degli riferimento di taratura attraverso la formula:

$$\delta_i = \frac{|m_{reg,i} - m_{c,i}|}{m_{c,i}}$$

dove:

δ_i = residuo relativo alla concentrazione *c*| per l'IPA i-esimo;

$m_{reg,i}$ = quantità dell'IPA i-esimo calcolata attraverso la funzione di regressione al livello *c* del riferimento di taratura;
$m_{c,i}$ = quantità dell'IPA i-esimo contenuta nelil riferimento di taratura per il livello *c*.
L'incertezza residua conseguente al *lack-of-fit* della funzione di taratura sarà calcolata dal massimo relativo residuo, attraverso l'espressione:

$$\upsilon_{d.i} = \frac{\delta_{i,max}}{\sqrt{3}}$$

dove:
$\upsilon_{d,i}$ = incertezza residua della lack-of-fit dell'IPA *i*-esimo;
$\delta_{i,max}$ = massimo relativo residuo osservato.

La *lack-of-fit* della funzione di taratura contribuisce all'incertezza a causa dell'estrazione non quantitativa dell'analita se l'efficienza è significativamente diversa dal 100%. Se ciò si verifica, è necessario tenere conto della lack-of-fit della funzione di taratura nel calcolo dell'incertezza complessiva della misura.

Riguardo alla deriva della risposta del rivelatore tra due tarature, è prassi utilizzare i fattori di risposta strumentale calcolati da una taratura per una serie di campioni d'analisi, finché essa non viene ripetuta. Nell'intervallo tra le due tarature occorre eseguire dei test di verifica della risposta del sistema rivelatore e, qualora necessario, operare delle correzioni dei fattori di risposta precedentemente calcolati nonché tenere conto dell'incertezza di misura come elemento di controllo di qualità. Poiché tra due tarature può verificarsi una significativa deriva della risposta, l'incertezza relativa corrispondente per il periodo compreso tra due aggiustamenti successivi (*n-1* e *n*) dei fattori di risposta sarà stimata grazie alle differenze relative tra le risposte osservate nei test successivi. Allo scopo, si usa la formula:

$$u_{i,drift} = \frac{|r_{i,n} - r_{i,n-1}|}{\sqrt{3} * \frac{r_{i,n} + r_{i,n-1}}{2}}$$

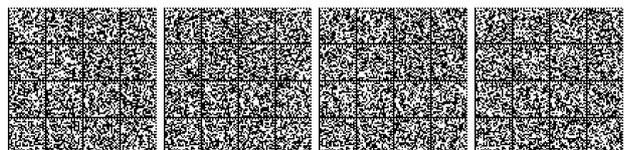
dove:
$r_{i,n}$ = risposta del rivelatore per la sostanza di riferimento di taratura dell'IPA *i*-esimo nel test *n*-esimo, alla concentrazione *c,*

formula valida se non si applica alcun fattore di correzione per la deriva del rivelatore, p.es. calcolando la media tra i fattori di risposta dedotti da due test successivi.

Poiché il sistema di separazione è ottimizzato per minimizzare l'incertezza associata alla coeluizione di potenziali specie interferenti, la risoluzione tra due picchi d'analiti è non inferiore a 1,2; perciò il contenuto all'incertezza associato alla selettività può considerarsi trascurabile.
In conclusione, l'incertezza combinata nella misura della quantità di IPA *i*-esimo è espressa dalla formula:

$$\frac{\upsilon^2(m_{M,i})}{m_{M,i}^2} = \frac{\upsilon^2(m_{c,i})}{n * m_{c,i}^2} + \upsilon_{i,an}^2 + \upsilon_{d,i}^2 + \upsilon_{i,drift}^2 \qquad (E.9)$$

dove *n* è il numero degli riferimento di taratura usati per costruire la funzione di taratura.

Applicata al BaP, la (E.9) diventa:

$$\frac{\upsilon^2(BaP)}{m^2_{M,BaP}} = \frac{\upsilon^2(m_{c,BaP})}{n*m^2_{c,BaP}} + \upsilon^2_{BaP,an} + \upsilon^2_{d,BaP} + \upsilon^2_{BaP,drift} \quad . \qquad \text{(E.9a)}$$

E.4.3.2 Metodo del riferimento interno

Applicando il metodo del *riferimento interno*, l'incertezza di misura sarà determinata dai contributi dei parametri appresso elencati: a) incertezza del fattore di risposta di ciascun IPA determinato attraverso l'equazione di taratura; b) l'incertezza della concentrazione del riferimento interno di riferimento per l'IPA considerato, nell'estratto del campione; c) la precisione della misura delle risposte del riferimento interno di riferimento e dell'IPA nell'estratto del campione; d) la selettività del sistema cromatografico per l'IPA e per il riferimento interno.

Purché i contributi casuali all'incertezza associati alla preparazione delle soluzioni di taratura siano trascurabili, il fattore di risposta medio per l'IPA *i*-esimo sarà determinato mediante le funzioni di taratura e il conseguente valore dell'incertezza associata al fattore di risposta sarà dato dalla formula:

$$\upsilon^2_{i.f} = \frac{s^2_{i,f}}{\mathrm{n}}$$

dove:

$s_{i,f}$ = scarto tipo del fattore di risposta per l'IPA i-esimo;

n = numero di soluzioni di taratura usate.

Quanto alle incertezze di misura associate alla concentrazione della sostanza di riferimento interno di riferimento per ogni IPA cancerogeno oggetto di valutazione e alla selettività del sistema cromatografico, vale quanto riportato sopra per l'applicazione del metodo del riferimento esterno.

L'incertezza di misura associata alla determinazione del fattore di risposta dell'IPA i-esimo e del corrispondente riferimento interno presente nell'estratto campione (E) è adeguatamente rappresentata dallo scarto tipo del fattore di risposta ($s_{i,f}$):

$$\upsilon\left(\frac{A_{i,E}}{A_{iI,E}}\right) = \mathrm{s}_{i,f}$$

Concludendo, l'incertezza combinata della misura dell'IPA i-esimo è data dalla formula:

$$\frac{\upsilon^2(m_{M,i})}{m^2_{M,i}} = \frac{\upsilon^2(m_{i,E})}{n*m^2_{i,E}} + \upsilon^2_{d,i} + s^2_{i,f}\, \frac{\upsilon^2(\mathrm{m_{M,i}})}{\mathrm{m^2_{M,i}}} = \frac{\upsilon^2(\mathrm{m_{i,E}})}{\mathrm{n*m^2_{i,E}}} + \upsilon^2_{\mathrm{d,i}} + \mathrm{s^2_{i,f}} \qquad \text{(E.10)}$$

Ovvero per il BaP:

$$\frac{\upsilon^2(m_{M,BaP})}{m^2_{M,BaP}} = \frac{\upsilon^2(m_{BaP,E})}{n*m^2_{BaP,E}} + \upsilon^2_{d,BaP} + s^2_{BaP,f}\, \frac{\upsilon^2(\mathrm{m_{M,BaP}})}{\mathrm{m^2_{M,BaP}}} = \frac{\upsilon^2(\mathrm{m_{BaP,E}})}{\mathrm{n*m^2_{BaP,E}}} + \upsilon^2_{\mathrm{d,BaP}} + \mathrm{s^2_{BaP,f}} \qquad \text{(E.10a)}$$

E.4.3.3 Metodo del riferimento surrogato

Il metodo del riferimento *surrogato* è applicato per correggere i risultati per l'efficienza di recupero della procedura. Il fattore di recupero usato è pari a:

$$r_i = \frac{m_{J,ssf}}{m_{J,sse}} \qquad \text{(E.11)}$$

dove:

r_i = coefficiente di recupero;
$m_{J,ssf}$ = quantità di sostanza di riferimento surrogato *j*-esimo, aggiunta prima dell'estrazione del filtro-campione;
$m_{J,sse}$ = quantità di sostanza di riferimento surrogato *j*-esimo misurata nell'estratto campione.

Riguardo all'incertezza della quantità $m_{J,ssf}$ occorre considerare sia i valori dell'incertezza associata alle quantità degli IPA analiti contenute nei solventi di riferimento di taratura, sia i valori dell'incertezza degli strumenti adoperati per misurare i pesi e i volumi delle sostanze.

Non è necessario tenere conto della purezza dei riferimenti surrogati, purché essi non contengano interferenze che si sovrappongano ai segnali degli IPA analiti. L'incertezza associata alla misura della sostanza di riferimento surrogato nell'estratto campione è calcolata in modo simile a quanto riportato per i metodi del riferimento esterno e del riferimento interno. Se si applica il metodo del riferimento esterno, il contributo della deriva della risposta del rivelatore è trascurato.

L'incertezza risultante per l'IPA i-esimo è data da:

$$u_{r,i}^2 = \upsilon_{i,SSF}^2 + \upsilon_{i,SSE}^2$$

E.4.4. Incertezza combinata della quantità di IPA nell'estratto

I contributi dei diversi elementi che concorrono a determinare l'incertezza della quantità di IPA nel campione atmosferico sono raggruppati nella formula:

$$\frac{u^2(m_{i,E})}{m_{i,E}^2} = \frac{u^2(m_{M,i})}{m_{M,i}^2} + \frac{u^2(r_i)}{r_i^2}$$

dove il suffisso *i* indica l'IPA *i*-esimo determinando, *M* indica le grandezze misurate ed *E* quelle contenute nell'estratto campione.

E.5. Incertezza della quantità di IPA nel bianco campione

La quantità di BaP e di ogni altro IPA cancerogeno contenuta nel bianco campione è misurata analizzando una serie di bianchi sufficiente per valutare la ripetibilità: siano eseguite non meno di sei analisi replicate.

Qualora la risposta di bianco sia inferiore a tre volte il rumore di fondo del rivelatore in corrispondenza del picco cromatografico dell'IPA i-esimo (ovvero, al suo tempo di ritenzione nelle condizioni cromatografiche operative), la relativa incertezza di bianco campione è calcolata sulla base del valore del *noise* usando la pendenza della funzione di taratura estrapolata alla risposta pari a zero, attraverso la formula:

$$m_{bl,i} = \frac{3 * r_{0,i}}{2 * b_{0,i}}$$

Dove:
$m_{bl,i}$ = incertezza del bianco campione per l'IPA i-esimo;
$r_{0,i}$ = livello del rumore di fondo al tempo di ritenzione dell'IPA i-esimo;
$b_{0,i}$ = pendenza della funzione di taratura in corrispondenza della risposta zero.

E.5. Incertezza combinata della concentrazione di IPA in aria

Combinando tutti i fattori d'incertezza sopra descritti (par. E.2, E.3 ed E.4), si ottiene la formula che esprime l'incertezza relativa combinata per la concentrazione di BaP e di ogni IPA i-esimo in aria:

$$\frac{\upsilon^2(c_i)}{c_i^2} = \frac{\upsilon^2(V)}{V^2} + \frac{\upsilon^2(m_{i,E})}{m_{i,E}^2} + \frac{\upsilon^2(E_i)}{E_i^2} \qquad \text{(E.12)}$$

e per il BaP:

$$\frac{\upsilon^2(c_{BaP})}{c_{BaP}^2} = \frac{\upsilon^2(V)}{V^2} + \frac{\upsilon^2(m_{BaP,E})}{m_{BaP,E}^2} + \frac{\upsilon^2(E_{BaP})}{E_{BaP}^2} \; . \qquad \text{(E.12a)}$$

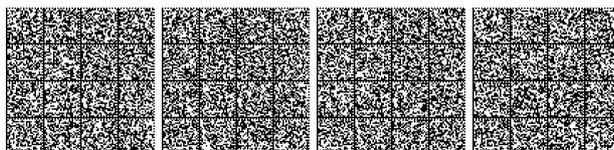
E.6. Incertezza espansa della concentrazione di IPA in aria

L'incertezza relativa espansa con un livello di confidenza pari al 95% è calcolata moltiplicando il valore *υ(ci)* per un fattore di copertura appropriato al numero di gradi di libertà dei componenti dominanti dell'incertezza, come risultano dalle prestazioni del programma di test (si applichi in proposito l'equazione di Welch-Satlersswaithe, descritta in UNI ENV-13005:2000 [8]). Per un numero di gradi di libertà sufficientemente alto si può usare un fattore di copertura a 2.
In prima approssimazione, il numero dei gradi di libertà di cui sopra può essere scelto sulla base di quello di un contributo all'incertezza, che copra oltre il 50% dell'incertezza totale.

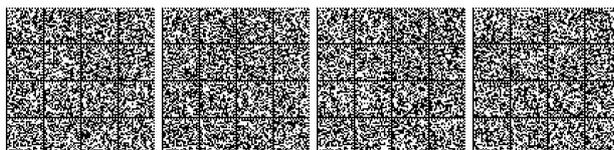
E.7. Incertezza associata ai requisiti di performance

Combinando le incertezze specificate per le caratteristiche di performance, si ottiene il valore tipico per la situazione peggiore "possibile ma accettabile". L'incertezza relativa combinata risulta pari a circa ± 6.5%; pertanto, assumendo k = 2, l'incertezza espansa sarà approssimativamente ± 13%.

E.8. Incertezza inter-laboratorio

Poiché il metodo sopra descritto contempla la possibilità di scelta tra diversi approcci per l'estrazione con solvente delle polveri, per l'estrazione con solvente, per la manipolazione dell'estratto e per l'analisi chimica strumentale, e poiché gli Istituti e Laboratori specializzati usano di routine metodi differenti, è logico attendersi risultati diversi ogniqualvolta si effettuino test inter-laboratorio sia per la semplice analisi chimica delle polveri (anche su batch omogenei), sia per l'intera procedura di monitoraggio degli IPA. Perciò, per la comparabilità dei dati ambientali le deviazioni tra le misure eseguite dai vari Organismi devono essere tenute in conto, nel computo dell'incertezza complessiva delle indagini ambientali. In linea di principio, questo fatto implica una correzione dei requisiti d'incertezza indicati nel D.lgs 155/2010. Per esempio, se si adotta il valore del contributo all'incertezza trovato nei test di comparazione inter-laboratorio in corrispondenza del valore limite del BaP atmosferico (1 ng/m^3), ossia ±15÷18%, ne risulta un'incertezza relativa espansa pari a ± 35% (k = 2).
Si raccomanda l'organizzazione di test inter-laboratorio a scadenze regolari, come parte di programmi di QA/QC *assessment and maintenance.* I test saranno organizzati secondo quanto prescritto in ISO 5725-2 [6], utilizzando campioni sufficientemente omogenei (omogeneità > 95%). Per migliorare l'omogeneità dei campioni d'aria raccolti nei test "di campo", è opportuno utilizzare un unico condotto principale dal quale siano prelevate le aliquote opportune per le misure individuali.

Bibliografia e testi utili per la consultazione:

1. Qualità dell'aria – Metodo normalizzato per la misurazione della concentrazione di benzo[a]pirene in aria ambiente. Norma europea UNI EN 15549:2008.
2. D.lgs 13 agosto 2010, n. 155. Attuazione della direttiva 2008/50/CE relativa alla qualità dell'aria ambiente e per un'aria più pulita in Europa. Gazzetta Ufficiale n. 216 del 15 settembre 2010.
3. EN 12341:2001, Air Quality – Determination of the PM_{10} fraction of suspended particulate matter – Reference method and field test procedure to demonstrate equivalence of measurement methods.
4. EN 14902:2005. Ambient air quality. Standard method for the measurement of Pb, Cd, As, and Ni in the PM_{10} fraction of suspended particulate matter.
5. EN ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories (ISO/IEC 17025:2005)
6. ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results – Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
7. Air quality – Approach to uncertainty estimation for ambient air reference measurement methods. CEN Report CR 14377:2002.
8. UNI CEI ENV 13005:2000, Guida all'espressione dell'incertezza di misura.
9. European Commission, Working Group on Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (2001). Ambient air pollution by polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH): Position Paper. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg, 49 pp (ISBN 92-894-2057-X).
10. European Commission, Working Group on Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (2001). Ambient air pollution by polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH): Position Paper Annexes. Office for Official Publications of the European Communities, Luxembourg, 49 pp (ISBN 92-894-2057-X).
11. ISO 16362:2005, Ambient air – Determination of particle-phase polycyclic aromatic hydrocarbons by high performance liquid chromatography

15A04273

MINISTERO DELL'INTERNO

DECRETO 29 maggio 2015.

Contributo pari a 60 milioni di euro, per l'anno 2015, a carico delle città metropolitane e delle province, ai fini del coordinamento della finanza pubblica e per la riduzione dei costi della politica.

IL MINISTRO DELL'INTERNO

DI CONCERTO CON

IL MINISTRO DELL'ECONOMIA
E DELLE FINANZE

Visto l'art. 19 del decreto-legge 24 aprile 2014, n. 66, convertito, con modificazioni, dalla legge 23 giugno 2014, n. 89, che dopo il comma 150 dell'art. 1 della legge 7 aprile 2014, n. 56, in materia di riorganizzazione delle province aggiunge il comma 150-*bis*, prevedendo che le province e le città metropolitane, ai fini del coordinamento della finanza pubblica e per la riduzione dei costi della politica, debbano assicurare un contributo pari a 100 milioni di euro per l'anno 2014, a 60 milioni di euro per l'anno 2015 ed a 69 milioni di euro per l'anno 2016, in considerazione sia del progressivo venir meno delle elezioni provinciali che per la gratuità delle attività svolte dai componenti degli organi delle province;

Visto l'art. 23, comma 14 e seguenti, del decreto-legge 6 dicembre 2011, n. 201, convertito, con modificazioni, dalla legge 22 dicembre 2011, n. 214;

Visto l'art. 1, comma 325 della legge 27 dicembre 2013, n. 147 (legge di stabilità 2014);

Visto il precedente decreto in data 16 settembre 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* n. 221 del 23 settembre 2014, con il quale si è già provveduto alla determinazione del riparto a carico delle province del predetto contributo alla finanza pubblica, pari a 100 milioni di euro per l'anno 2014;

Visto l'art. 1, comma 16, della legge 7 aprile 2014, n. 56 che prevede che dal 1° gennaio 2015 le città metropolitane subentrano alle province omonime e succedono ad esse in tutti i rapporti attivi e passivi e ne esercitano le funzioni, nel rispetto degli equilibri di finanza pubblica e degli obiettivi del patto di stabilità interno;

Considerato che in applicazione delle disposizioni di cui all'art. 23 del decreto-legge n. 201/2011, convertito, con modificazioni, dalla legge n. 214/2011, nell'anno 2015, alla scadenza naturale del mandato degli organi non saranno indette le consultazioni elettorali in n. 4 province - L'Aquila, Caserta, Imperia e Viterbo - con conseguenti risparmi, anche per quanto attiene le indennità ed i rimborsi per le attività dei componenti degli stessi organi, attività divenute gratuite a seguito della legge n. 56/2014;

Rilevato che sempre in applicazione delle sopra richiamate disposizioni saranno n. 9 nell'anno 2016 le città metropolitane e le province per le quali, alla scadenza naturale del mandato degli organi, non saranno indette le consultazioni elettorali, con conseguenti minori oneri, sia per quanto attiene all'organizzazione delle elezioni provinciali che alla corresponsione di indennità e rimborsi;

Considerato che, ai sensi dei comma 5 e 53 dell'art. 1 della citata legge n. 56/2014, le disposizioni recate dall'art. 1 della stessa legge n. 56/2014, ai comma da 51 a 100, valgono soltanto come principi di grande riforma economica e sociale per la disciplina di città ed aree metropolitane da adottare dalla regione Sardegna, dalla regione siciliana e dalla regione Friuli-Venezia Giulia, in conformità ai rispettivi statuti e non si applicano alle province autonome di Trento e di Bolzano ed alla regione Valle d'Aosta;

Considerato che le modalità di riparto del predetto contributo debbono essere stabilite con decreto del Ministero dell'interno, da adottare di concerto con il Ministero dell'economia e delle finanze;

Ritenuto che il previsto contributo alla finanza pubblica, pari complessivamente a 60 milioni di euro debba essere ripartito, per una prima quota parte pari a 2,5 milioni di euro in proporzione al numero delle sezioni elettorali costituite sul territorio, esclusivamente a carico delle n. 4 province di L'Aquila, Caserta, Imperia e Viterbo ove nell'anno 2015 non saranno indette le consultazioni elettorali, e, per una seconda quota parte pari a 57,5 milioni di euro, a carico di ciascuna delle 77 città metropolitane e province complessivamente interessate nel biennio 2014-2015, in proporzione alle spese sostenute da ciascuna, desunte dal Sistema informativo sulle operazioni degli enti pubblici (SIOPE), relative ai seguenti codici:

SIOPE S1325 - Spese per gli organi istituzionali dell'ente - Indennità;

SIOPE S1326 - Spese per gli organi istituzionali dell'ente - Rimborsi;

Considerato che per quanto concerne la ripartizione dello stesso contributo alla finanza pubblica a carico delle città metropolitane e delle province, pari complessivamente a 69 milioni di euro per l'anno 2016, verrà adottato successivo apposito provvedimento;

Decreta:

Art. 1.

Determinazione delle riparto del contributo alla finanza pubblica a carico delle città metropolitane e delle province, pari a 60 milioni di euro per l'anno 2015.

1. Il contributo alla finanza pubblica, di cui in premessa, per l'importo complessivo di 60 milioni di euro per l'anno 2015, è ripartito a carico di ciascuno dei 77 enti locali interessati nella misura complessiva indicata nell'elenco allegato al presente decreto.

2. Lo stesso contributo è calcolato per una prima quota parte, corrispondente a 2,5 milioni di euro, in proporzione al numero delle sezioni elettorali costituite sul territorio delle n. 4 province di L'Aquila, Caserta, Imperia e Viterbo ove per l'anno 2015 non saranno indette le consultazioni elettorali, e, per una seconda quota parte, pari a 57,5 milioni di euro, a carico di ciascuna delle 77 città metropolitane e province complessivamente interessate nel biennio 2014-2015, in proporzione alle spese sostenute da ciascuna, desunte dal Sistema informativo sulle operazioni degli enti pubblici (SIOPE), relative ai seguenti codici:

SIOPE S1325 - Spese per gli organi istituzionali dell'ente - Indennità;

SIOPE S1326 - Spese per gli organi istituzionali dell'ente - Rimborsi.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

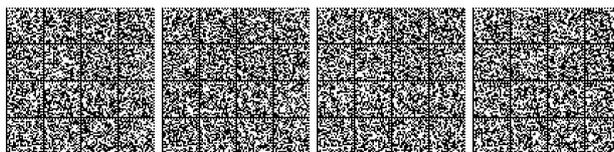
Roma, 29 maggio 2015

Il Ministro dell'interno
ALFANO

Il Ministro dell'economia e delle finanze
PADOAN

ALLEGATO

ANNI 2014 - 2015
RIPARTO DEL CONTRIBUTO ALLA FINANZA PUBBLICA DI 60 MILIONI A CARICO DELLE PROVINCE
a seguito del progressivo venir meno delle elezioni provinciali e per la riduzione dei costi della politica, per la gratuità delle attività svolte dai componenti degli organi delle province
(art. 19 D.L. n. 66/2014, conv. in L. n. 89/2014)

	Provincia	Sezioni elettorali interessate	Riparto Riduzione 2,5 mln per numero di sezioni	Riparto riduzione 57,5 mln per indennità e rimborsi	Totale riduzione
	anno 2015				
1	IMPERIA	258	338.760,50	324.719,73	663.480,23
2	VITERBO	295	387.342,44	462.758,00	850.100,44
3	L'AQUILA	415	544.905,46	756.332,91	1.301.238,37
4	CASERTA	936	1.228.991,60	1.273.830,14	2.502.821,74
	anno 2014				
5	ALESSANDRIA	0	0,00	731.391,23	731.391,23
6	ASTI	0	0,00	166.776,47	166.776,47
7	CUNEO	0	0,00	578.396,87	578.396,87
8	NOVARA	0	0,00	606.998,79	606.998,79
9	TORINO	0	0,00	2.626.551,23	2.626.551,23
10	BIELLA	0	0,00	89.389,36	89.389,36
11	VERBANO-CUSIO-OSSOLA	0	0,00	228.780,82	228.780,82
12	BERGAMO	0	0,00	1.275.560,41	1.275.560,41
13	BRESCIA	0	0,00	1.336.523,99	1.336.523,99
14	COMO	0	0,00	207.727,15	207.727,15
15	CREMONA	0	0,00	664.069,29	664.069,29
16	MILANO	0	0,00	2.261.542,86	2.261.542,86
17	SONDRIO	0	0,00	358.990,06	358.990,06
18	VARESE	0	0,00	562.728,98	562.728,98
19	LECCO	0	0,00	351.305,89	351.305,89
20	LODI	0	0,00	234.367,92	234.367,92

21	MONZA E DELLA BRIANZA	0	0,00	848.329,75	848.329,75
22	GENOVA	0	0,00	230.578,35	230.578,35
23	LA SPEZIA	0	0,00	146.020,90	146.020,90
24	SAVONA	0	0,00	581.645,40	581.645,40
25	BELLUNO	0	0,00	165.282,82	165.282,82
26	PADOVA	0	0,00	890.363,35	890.363,35
27	ROVIGO	0	0,00	567.101,64	567.101,64
28	VENEZIA	0	0,00	1.757.676,12	1.757.676,12
29	VERONA	0	0,00	1.496.736,16	1.496.736,16
30	VICENZA	0	0,00	230.194,07	230.194,07
31	BOLOGNA	0	0,00	1.553.939,95	1.553.939,95
32	FERRARA	0	0,00	772.386,32	772.386,32
33	FORLI'-CESENA	0	0,00	752.603,39	752.603,39
34	MODENA	0	0,00	651.150,27	651.150,27
35	PARMA	0	0,00	675.233,74	675.233,74
36	PIACENZA	0	0,00	488.510,85	488.510,85
37	REGGIO NELL'EMILIA	0	0,00	658.049,35	658.049,35
38	RIMINI	0	0,00	488.930,29	488.930,29
39	AREZZO	0	0,00	452.099,60	452.099,60
40	FIRENZE	0	0,00	1.400.835,20	1.400.835,20
41	GROSSETO	0	0,00	385.742,20	385.742,20
42	LIVORNO	0	0,00	838.651,42	838.651,42
43	MASSA-CARRARA	0	0,00	477.065,46	477.065,46
44	PISA	0	0,00	529.111,00	529.111,00
45	PISTOIA	0	0,00	668.204,81	668.204,81
46	SIENA	0	0,00	646.963,72	646.963,72
47	PRATO	0	0,00	648.533,17	648.533,17
48	PERUGIA	0	0,00	1.122.989,34	1.122.989,34
49	TERNI	0	0,00	851.426,35	851.426,35
50	ANCONA	0	0,00	312.274,39	312.274,39
51	ASCOLI PICENO	0	0,00	305.119,36	305.119,36
52	PESARO E URBINO	0	0,00	744.676,94	744.676,94
53	FERMO	0	0,00	301.837,49	301.837,49
54	FROSINONE	0	0,00	356.179,46	356.179,46
55	LATINA	0	0,00	1.107.766,67	1.107.766,67
56	RIETI	0	0,00	224.897,17	224.897,17

57	ROMA	0	0,00	1.105.389,36	1.105.389,36
58	CHIETI	0	0,00	784.281,22	784.281,22
59	PESCARA	0	0,00	1.018.290,16	1.018.290,16
60	TERAMO	0	0,00	469.215,49	469.215,49
61	ISERNIA	0	0,00	631.398,40	631.398,40
62	AVELLINO	0	0,00	315.881,92	315.881,92
63	BENEVENTO	0	0,00	392.103,38	392.103,38
64	NAPOLI	0	0,00	1.501.580,87	1.501.580,87
65	SALERNO	0	0,00	953.423,29	953.423,29
66	BARI	0	0,00	1.748.039,84	1.748.039,84
67	BRINDISI	0	0,00	331.025,09	331.025,09
68	FOGGIA	0	0,00	678.561,82	678.561,82
69	LECCE	0	0,00	1.548.318,16	1.548.318,16
70	TARANTO	0	0,00	747.483,68	747.483,68
71	BARLETTA-ANDRIA-TRANI	0	0,00	729.804,84	729.804,84
72	MATERA	0	0,00	772.479,05	772.479,05
73	POTENZA	0	0,00	1.356.557,29	1.356.557,29
74	CATANZARO	0	0,00	800.667,81	800.667,81
75	COSENZA	0	0,00	1.171.109,00	1.171.109,00
76	CROTONE	0	0,00	861.013,10	861.013,10
77	VIBO VALENTIA	0	0,00	155.527,66	155.527,66
	TOTALE	**1.904,00**	**2.500.000,00**	**57.500.000,00**	**60.000.000,00**

15A04310

MINISTERO DELLE POLITICHE AGRICOLE ALIMENTARI E FORESTALI

DECRETO 28 aprile 2015.

Annullamento del decreto 29 aprile 2014, recante il «Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale, in Ortona, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo».

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)* e ss.mm.ii.;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto 29 aprile 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 121 del 27 maggio 2014 con il quale al laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale, ubicato in Ortona (CH), SP 538 Km 7,400 – Caldari Stazione, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Considerato che con il decreto 29 aprile 2014 sopra indicato il laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale è stato autorizzato a eseguire tutte le analisi per il quale risultava accreditato secondo il certificato di accreditamento rilasciato da ACCREDIA in data 25 marzo 2014;

Ritenuto, pertanto, necessario intervenire in autotutela ai sensi dell'art. 21 nonies della legge 7 agosto 1990 n. 241, ed annullare il decreto 29 aprile 2014, poiché il citato laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale può essere autorizzato solo per i metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV) e non, può essere autorizzato invece, per tutti i metodi per il quale risulta accreditato da ACCREDIA con certificato del 25 marzo 2014;

Considerata altresì la nota del 1° aprile 2015 con la quale è stato comunicato al laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale l'avvio del procedimento ai sensi dell'art. 7 della legge 7 agosto 1990, n. 240, relativo all'annullamento del citato decreto del 29 aprile 2014;

Decreta:

Articolo unico

1. È annullato, in autotutela, il decreto del 29 aprile 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 121 del 27 maggio 2014, recante il "Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale, ubicato in Ortona (CH), SP 538 Km 7,400 – Caldari Stazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo".

2. Sono salvi gli atti eventualmente compiuti dal laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale fino alla data di entrata in vigore del presente decreto.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 28 aprile 2015

Il direttore generale: GATTO

15A04138

DECRETO 28 aprile 2015.

Annullamento del decreto 14 ottobre 2014, recante il «Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa, in Pescara, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo».

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)* e ss.mm.ii.;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto 14 ottobre 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 256 del 4 novembre 2014 con il quale al laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa, ubicato in Pescara, Via Marino da Caramanico n. 7, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Considerato che con il decreto 14 ottobre 2014 sopra indicato il laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa autorizzato è stato autorizzato a eseguire tutte le analisi per il quale risultava accreditato secondo il certificato di accreditamento rilasciato da ACCREDIA in data 23 luglio 2014;

Ritenuto, pertanto, necessario intervenire in autotutela ai sensi dell'art. 21-*nonies* della legge 7 agosto 1990 n. 241, ed annullare il decreto 14 ottobre 2014, poiché il citato laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa può essere autorizzato solo per i metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), e non, può essere autorizzato invece, per tutti i metodi per il quale risulta accreditato da ACCREDIA con certificato del 23 luglio 2014;

Considerata altresì la nota del 1° aprile 2015 con la quale è stato comunicato al laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa autorizzato l'avvio del procedimento ai sensi dell'art. 7 della legge 7 agosto 1990, n. 240, relativo all'annullamento del citato decreto del 14 ottobre 2014;

Decreta:

Articolo unico

1. È annullato, in autotutela, il decreto del 14 ottobre 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 256 del 4 novembre 2014, recante il "Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa, ubicato in Pescara, Via Marino da Caramanico n. 7 al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo".

2. Sono salvi gli atti eventualmente compiuti dal laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa fino alla data di entrata in vigore del presente decreto.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 28 aprile 2015

Il direttore generale: GATTO

15A04140

DECRETO 28 aprile 2015.

Annullamento del decreto 23 dicembre 2014, recante il «Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio Fondazione Edmund Mach – Istituto agrario di San Michele all'Adige, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo.

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)* e ss.mm.ii.;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto 23 dicembre 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 10 del 14 gennaio 2015 con il quale al laboratorio Fondazione Edmund Mach - Istituto agrario di San Michele all'Adige, ubicato in San Michele all'Adige (TN), Via E. Mach n. 1, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Considerato che con il decreto 23 dicembre 2014 sopra indicato il laboratorio Fondazione Edmund Mach - Istituto agrario di San Michele all'Adige è stato autorizzato a eseguire tutte le analisi per il quale risultava accreditato secondo il certificato di accreditamento rilasciato da ACCREDIA in data 22 ottobre 2014;

Ritenuto, pertanto, necessario intervenire in autotutela ai sensi dell'art. 21-*nonies* della legge 7 agosto 1990, n. 241, ed annullare il decreto 23 dicembre 2014, poiché il citato laboratorio Fondazione Edmund Mach - Istituto agrario di San Michele all'Adige può essere autorizzato solo per i metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), e non, può essere autorizzato invece, per tutti i metodi per il quale risulta accreditato da ACCREDIA con certificato del 22 ottobre 2014;

Considerata altresì la nota del 2 aprile 2015 con la quale è stato comunicato al laboratorio Fondazione Edmund Mach - Istituto agrario di San Michele all'Adige l'avvio del procedimento ai sensi dell'art. 7 della legge 7 agosto 1990, n. 240, relativo all'annullamento del citato decreto del 23 dicembre 2014;

Decreta:

Articolo unico

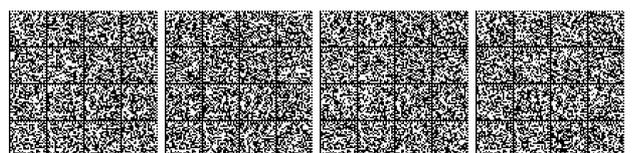
1. È annullato, in autotutela, il decreto del 23 dicembre 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 10 del 14 gennaio 2015, recante il «Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio Fondazione Edmund Mach - Istituto agrario di San Michele all'Adige, ubicato in San Michele all'Adige (TN), Via E. Mach n. 1 al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo».

2. Sono salvi gli atti eventualmente compiuti dal laboratorio Fondazione Edmund Mach - Istituto agrario di San Michele all'Adige, fino alla data di entrata in vigore del presente decreto.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 28 aprile 2015

Il direttore generale: GATTO

15A04250

DECRETO 28 aprile 2015.

Annullamento del decreto 18 marzo 2015, recante il «Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio CE.FI.T. S.r.l., in Avola, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo».

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)* e ss.mm.ii.;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto 18 marzo 2015, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 80 del 7 aprile 2015 con il quale al laboratorio CE.FI.T. S.r.l., ubicato in Avola (SR), Via Contrada Porretta, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Considerato che con il decreto 18 marzo 2015 sopra indicato il laboratorio CE.FI.T. S.r.l. è stato autorizzato a eseguire tutte le analisi per il quale risultava accreditato secondo il certificato di accreditamento rilasciato da ACCREDIA in data 17 febbraio 2015;

Ritenuto, pertanto, necessario intervenire in autotutela ai sensi dell'art. 21-*nonies* della legge 7 agosto 1990, n. 241, ed annullare il decreto 18 marzo 2015, poiché il citato laboratorio CE.FI.T. S.r.l. può essere autorizzato solo per i metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), e non, può essere autorizzato invece, per tutti i metodi per il quale risulta accreditato da ACCREDIA con certificato del 17 febbraio 2015;

Considerata altresì la nota del 1° aprile 2015 con la quale è stato comunicato al laboratorio CE.FI.T. S.r.l. l'avvio del procedimento ai sensi dell'art. 7 della legge 7 agosto 1990, n. 240, relativo all'annullamento del citato decreto del 18 marzo 2015;

Decreta:

Articolo unico

1. È annullato, in autotutela, il decreto del 18 marzo 2015, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 256 del 4 novembre 2014, recante il «Rinnovo dell'autorizzazione al laboratorio CE.FI.T. S.r.l., ubicato in Avola (SR), Via Contrada Porretta al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo».

2. Sono salvi gli atti eventualmente compiuti dal laboratorio CE.FI.T. S.r.l. fino alla data di entrata in vigore del presente decreto.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 28 aprile 2015

Il direttore generale: GATTO

15A04252

DECRETO 5 maggio 2015.

Autorizzazione al laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale, in Ortona, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo.

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)*;

Visto il decreto 29 aprile 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 121 del 27 maggio 2014 con il quale al laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale, ubicato in Or-

tona (CH), SP 538 Km 7,400 – Caldari Stazione, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto del 28 aprile 2015 di annullamento del citato decreto 29 aprile 2014;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Considerato che il laboratorio sopra indicato ha dimostrato di avere ottenuto in data 25 marzo 2014 l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, da parte di un organismo conforme alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17011 ed accreditato in ambito EA – European Cooperation for Accreditation;

Considerato che le prove indicate nell'elenco allegato sono metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV);

Considerato che per le prove Litio e Umidità sono stati inseriti i metodi previsti dal decreto ministeriale 12 marzo 1986 in mancanza di metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV);

Considerato che con decreto 22 dicembre 2009 ACCREDIA è stato designato quale unico organismo italiano a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato;

Ritenuti sussistenti le condizioni e i requisiti concernenti il rilascio dell'autorizzazione in argomento;

Decreta:

Art. 1.

Il laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale, ubicato in Ortona (CH), SP 538 Km 7,400 – Caldari Stazione, è autorizzato al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo limitatamente alle prove elencate in allegato al presente decreto.

Art. 2.

L'autorizzazione ha validità fino al 14 marzo 2018 data di scadenza dell'accreditamento.

Art. 3.

L'autorizzazione è automaticamente revocata qualora il laboratorio CEM Centro enologico meridionale S.r.l. Unipersonale perda l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, rilasciato da ACCREDIA – L'Ente Italiano di Accreditamento designato con decreto 22 dicembre 2009 quale unico organismo a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato.

Art. 4.

1. Il laboratorio sopra citato ha l'onere di comunicare all'Amministrazione autorizzante eventuali cambiamenti sopravvenuti interessanti la struttura societaria, l'ubicazione del laboratorio, la dotazione strumentale, l'impiego del personale ed ogni altra modifica concernente le prove di analisi per le quali il laboratorio medesimo è accreditato.

2. L'omessa comunicazione comporta la sospensione dell'autorizzazione.

3. Sui certificati di analisi rilasciati e su ogni tipo di comunicazione pubblicitaria o promozionale diffusa, è necessario indicare che il provvedimento ministeriale riguarda solo le prove di analisi autorizzate.

4. L'Amministrazione si riserva la facoltà di verificare la sussistenza delle condizioni e dei requisiti su cui si fonda il provvedimento autorizzatorio, in mancanza di essi, l'autorizzazione sarà revocata in qualsiasi momento.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 5 maggio 2015

Il direttore generale: GATTO

ALLEGATO

Denominazione della prova	Norma/metodo
Tenore zuccherino	OIV-MA-AS2-02 R2012
Zuccheri riduttori	OIV-MA-AS311-02 R2009
Titolo alcolometrico	OIV-MA-AS312-01A R2009 met. 4.B
Umidita'	DM 12/03/1986 GU n° 161 14/07/1986 allegato I
Acidità fissa	OIV-MA-AS313-03 R2009
Acidità volatile	OIV-MA-AS313-02 R2009
Acido sorbico	OIV-MA-AS313-14A R2009
Alcalinità delle ceneri	OIV-MA-AS2-05 R2009
Biossido di zolfo	OIV-MA-AS323-04B R2009
Biossido di zolfo	OIV-MA-AS323-04A R2012
Ceneri	OIV-MA-AS2-04 R2009
Cloruri	OIV-MA-AS321-02 R2009
Estratto non riduttore	OIV-MA-AS2-03B R2012 + OIV-MA-AS311-02 R2009
Estratto secco totale	OIV-MA-AS2-03B R2012
Litio	DM 12/03/1986 GU n° 161 14/07/1986 All XXX
Metanolo	OIV-MA-AS312-03A R2009
Ocratossina A	OIV-MA-AS315-10 R2011
Acidità totale	OIV-MA-AS313-01 R2009
Calcio	OIV-MA-AS322-04 R2009
Caratteristiche cromatiche	OIV-MA-AS2-07B R2009
Ferro	OIV-MA-AS322-05A R2009
Glucosio e fruttosio	OIV-MA-AS311-02 R2009
Magnesio	OIV-MA-AS322-07 R2009
Massa volumica a 20°C e densità relativa a 20°C	OIV-MA-AS2-01A R2012 met. 5
Potassio	OIV-MA-AS322-02B R2009
Rame	OIV-MA-AS322-06 R2009
Sodio	OIV-MA-AS322-03B R2009
Solfati	OIV-MA-AS321-05A R2009
Titolo alcolmetrico volumico potenziale	OIV-MA-AS311-02 R2009
Titolo alcolmetrico volumico totale	OIV-MA-AS311-02 R2009 + OIV-MA-AS312-01A R2009 met. 4.B
Titolo alcolometrico volumico	OIV-MA-AS312-01A R2009 met. 4.B
Zinco	OIV-MA-AS322-08 R2009
pH	OIV-MA-AS313-15 R2011
Sovrappressione	OIV-MA-AS314-02 R2003
Saccarosio	OIV-MA-AS311-03 R2003

15A04137

DECRETO 5 maggio 2015.

Autorizzazione al laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa, in Pescara, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo.

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)*;

Visto il decreto 14 ottobre 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 256 del 4 novembre 2014 con il quale al laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa, ubicato in Pescara, Via Marino da Caramanico n. 7, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto del 28 aprile 2015 di annullamento del citato decreto 14 ottobre 2014;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Considerato che il laboratorio sopra indicato ha dimostrato di avere ottenuto in data 23 luglio 2014 l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, da parte di un organismo conforme alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17011 ed accreditato in ambito EA – European Cooperation for Accreditation;

Considerato che le prove indicate nell'elenco allegato sono metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV);

Considerato che per le prove Litio e Umidità sono stati inseriti i metodi previsti dal decreto ministeriale 12 marzo 1986 in mancanza di metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV);

Considerato che con decreto 22 dicembre 2009 ACCREDIA è stato designato quale unico organismo italiano a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato;

Ritenuti sussistenti le condizioni e i requisiti concernenti il rilascio dell'autorizzazione in argomento;

Decreta:

Art. 1.

Il laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa, ubicato in Pescara, Via Marino da Caramanico n. 7, è autorizzato al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo limitatamente alle prove elencate in allegato al presente decreto.

Art. 2.

L'autorizzazione ha validità fino al 17 ottobre 2018 data di scadenza dell'accreditamento.

Art. 3.

L'autorizzazione è automaticamente revocata qualora il laboratorio Centro tecnico enologico fu Carmine di Vittorio Festa perda l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, rilasciato da ACCREDIA – L'Ente Italiano di Accreditamento designato con decreto 22 dicembre 2009 quale unico organismo a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato.

Art. 4.

1. Il laboratorio sopra citato ha l'onere di comunicare all'Amministrazione autorizzante eventuali cambiamenti sopravvenuti interessanti la struttura societaria, l'ubicazione del laboratorio, la dotazione strumentale, l'impiego del personale ed ogni altra modifica concernente le prove di analisi per le quali il laboratorio medesimo è accreditato.

2. L'omessa comunicazione comporta la sospensione dell'autorizzazione.

3. Sui certificati di analisi rilasciati e su ogni tipo di comunicazione pubblicitaria o promozionale diffusa, è necessario indicare che il provvedimento ministeriale riguarda solo le prove di analisi autorizzate.

4. L'Amministrazione si riserva la facoltà di verificare la sussistenza delle condizioni e dei requisiti su cui si fonda il provvedimento autorizzatorio, in mancanza di essi, l'autorizzazione sarà revocata in qualsiasi momento.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 5 maggio 2015

Il direttore generale: GATTO

ALLEGATO

Denominazione della prova	Norma/metodo
Litio	D.M. 12/03/1986 S.O. GU N.161 14/07/1986 Met. XXX pag. 47
Umidità	D.M. 12/03/1986 S.O. GU N.161 14/07/1986 Met. I pag. 101
Acidità Fissa	OIV MA-F-AS313-03 R2009
Acidità totale	OIV MA-F-AS313-01 R2009 p.to 5.2
Acidità volatile	OIV MA-F-AS313-02 R2009
Acido Sorbico	OIV MA-F-AS313-14A R2009
Alcalinità delle ceneri	OIV MA-F-AS2-05 R2009
Anidride solforosa	OIV MA-F-AS323-04B R2009
Caratteristiche cromatiche	OIV MA-F-AS2-07B R2009
Ceneri	OIV MA-F-AS2-04 R2009
Cloruri	OIV MA-F-AS321-02 R2009 p.to 6
Rame	OIV MA-F-AS322-06 R2009
Sodio	OIV MA-F-AS322-03A R2009
Titolo alcolometrico volumico	OIV MA-F-AS312-01A R2009 p.to 4.C
Titolo alcolometrico volumico potenziale (da calcolo)	OIV MA-F-AS311-02 R2009 + Reg. CE 491/2009 allegato I p.to 14
Titolo alcolometrico volumico totale (da calcolo)	OIV MA-F-AS312-01A R2009 p.to 4C + OIV MA-F-AS311-02-R2009 + Reg. CE 491/2009 allegato I p.to 15
Zuccheri Riduttori (Glucosio e Fruttosio)	OIV MA-F-AS 311-02 R2009
Estratto secco netto, Estratto non riduttore (da calcolo)	OIV MA-F-AS2-03B R2012 + OIV MA-F-AS311-02 R2009
Estratto secco totale	OIV MA-F-AS2-03B R2012
Massa Volumica a 20°C - Densità relativa a 20°C	OIV MA-F-AS2-01A R2012 p.to 6
Solfati	OIV MA-F-AS321-05A R2009
pH (unità di pH 2,50-7,00)	OIV MA-F-AS313-15 R2011

15A04139

DECRETO 5 maggio 2015.

Autorizzazione al laboratorio Fondazione Edmund Mach – Istituto agrario di San Michele all'Adige, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo.

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)*;

Visto il decreto 23 dicembre 2014, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 10 del 14 gennaio 2015 con il quale al laboratorio Fondazione Edmund Mach – Istituto agrario di San Michele all'Adige, ubicato in San Michele all'Adige (TN), Via E. Mach n. 1, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto del 28 aprile 2015 di annullamento del citato decreto 23 dicembre 2014;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento Europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Considerato che il laboratorio sopra indicato ha dimostrato di avere ottenuto in data 22 ottobre 2014 l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, da parte di un organismo conforme alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17011 ed accreditato in ambito EA – European Cooperation for Accreditation;

Considerato che le prove indicate nell'elenco allegato sono metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV);

Considerato che con decreto 22 dicembre 2009 ACCREDIA è stato designato quale unico organismo italiano a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato;

Ritenuti sussistenti le condizioni e i requisiti concernenti il rilascio dell'autorizzazione in argomento;

Decreta:

Art. 1.

Il laboratorio Fondazione Edmund Mach – Istituto agrario di San Michele all'Adige, ubicato in San Michele all'Adige (TN), Via E. Mach n. 1, è autorizzato al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo limitatamente alle prove elencate in allegato al presente decreto.

Art. 2.

L'autorizzazione ha validità fino al 17 ottobre 2018 data di scadenza dell'accreditamento.

Art. 3.

L'autorizzazione è automaticamente revocata qualora il laboratorio Fondazione Edmund Mach – Istituto agrario di San Michele all'Adige perda l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, rilasciato da ACCREDIA – L'Ente Italiano di Accreditamento designato con decreto 22 dicembre 2009 quale unico organismo a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato.

Art. 4.

1. Il laboratorio sopra citato ha l'onere di comunicare all'Amministrazione autorizzante eventuali cambiamenti sopravvenuti interessanti la struttura societaria, l'ubicazione del laboratorio, la dotazione strumentale, l'impiego del personale ed ogni altra modifica concernente le prove di analisi per le quali il laboratorio medesimo è accreditato.

2. L'omessa comunicazione comporta la sospensione dell'autorizzazione.

3. Sui certificati di analisi rilasciati e su ogni tipo di comunicazione pubblicitaria o promozionale diffusa, è necessario indicare che il provvedimento ministeriale riguarda solo le prove di analisi autorizzate.

4. L'Amministrazione si riserva la facoltà di verificare la sussistenza delle condizioni e dei requisiti su cui si fonda il provvedimento autorizzatorio, in mancanza di essi, l'autorizzazione sarà revocata in qualsiasi momento.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 5 maggio 2015

Il direttore generale: GATTO

ALLEGATO

Denominazione della prova	Norma/metodo
Rapporto isotopico 13C/12C dell'acido acetico estratto (ð^{13}C) Isotopic ratio 13C/12C in extract acetic acid (ð^{13}C) (da -40‰ a -9‰ vs V-PDB) - (from -40‰ to -9‰ vs V-PDB)	RISOLUZIONE OIV-OENO 510-2013
Rapporto isotopico 180/160 dell'acqua (∂18O) Isotopic ratio 18O/16O in water (ð18O) (da -15‰ a +15‰ vs V-SMOW) - (from -15‰ to +15‰ vs V-SMOW)	RISOLUZIONE OIV-OENO 511-2013
Rapporto isotopico (D/H)I dell'etanolo, rapporto isotopico (D/H)II dell'etanolo, R dell'etanolo - Isotopic ratio (D/H)I in ethanol, Isotopic ratio (D/H)II in ethanol, R in ethanol (da 85 a 140 ppm per (DHI) - (from 85 to 140 ppm for (DHI)	OIV-MA-BS-23 R2009
Rapporto isotopico 13C/12C dell' etanolo (∂13C) - Isotopic ratio 13C/12C in ethanol (ð^{13}C) (da -40‰ a -9‰ vs V-PDB) - (from -40‰ to -9‰ vs V-PDB)	OIV-MA-BS-22 R2009
Anidride solforosa libera, Anidride solforosa combinata, Anidride solforosa totale - Free sulfur dioxide, Combined sulfur dioxide, Total sulfur dioxide	OIV-MA-AS323-04B R2009
Metanolo - Methanol	OIV-MA-AS312-03A R2009
Acidità totale - Total acidity	OIV-MA-AS313-01 R2009
Acidità volatile - Volatile acidity	OIV-MA-AS313-02 R2009
Acido sorbico (1-35 mg/l) - Sorbic acid (1-35 mg/l)	OIV-MA-AS313-20 R2006
Ceneri - Ash	OIV-MA-AS2-04 R2009
Conta di lieviti totali, batteri lattici, batteri acetici (da 0 ufc/g(mL) a 1,0E+10 ufc/g(mL)) - Count of total yeast, lactic bacteria, acetic bacetria (from 0 cfu/g(mL) to 1,0E+10 cfu/g(mL))	OIV-MA-AS4-01 R2010 (ecluso par. 5.4 e 5.5)
Estratto ridotto (da calcolo), Estratto non riduttore (da calcolo) - Reduced extract (calculated), Sugar-free extract (calculated)	OIV-MA-AS2-03B R2012
Estratto secco totale - Total dry extract	OIV-MA-AS2-03B R2012
Glucosio e fruttosio - Glucose and fructose	OIV-MA-AS311-02 R2009
Massa volumica e densità relativa a 20° C - Density and specific gravity at 20°C	OIV-MA-AS2-01A p.to 5 R2012
Rapporto isotopico 180/160 dell'acqua (∂18O) - Isotopic ratio 18O/16O in water (ð18O) (da -15‰ a +15‰ vs V-SMOW) - (from -15‰ to +15‰ vs V-SMOW)	OIV-MA-AS2-12 R2009

Titolo alcolometrico volumico, titolo alcolometrico volumico effettivo - Alcoholic strenght by volume	OIV-MA-AS312-01A p.to 4B R2009
Total alcoholic strength by volume (calculated)	OIV-MA-AS312-01A p.to 4B R2009
pH - pH	OIV-MA-AS313-15 R2011
Rapporto isotopico 13C/12C della anidride carbonica (∂13C) - Isotopic ratio 13C/12C in carbon dioxide ($ð^{13}C$) (da -70‰ a -7‰ vs V-PDB) - (from -70‰ to -7‰ vs V-PDB)	OIV-MA-AS314-03 R2005
VINO: Rapporto isotopico (D/H)I dell'etanolo, rapporto isotopico (D/H)II dell'etanolo, R dell'etanolo - MOSTO: Rapporto isotopico (D/H)I dell'etanolo da fermentazione degli zuccheri, rapporto isotopico (D/H)II dell'etanolo da fermentazione degli zuccheri, R dell'etanolo da fermentazione degli zuccheri - WINE: Isotopic ratio (D/H)I in ethanol, Isotopic ratio (D/H)II in ethanol, R in ethanol - MUST: Isotopic ratio (D/H)I in ethanol from residual sugar fermentation, Isotopic ratio (D/H)II in ethanol from residual sugar fermentation, R in ethanol form residual sugar fermentation (da 85 a 140 ppm per (DHI) - (from 85 to 140 ppm for (DHI)	OIV-MA-AS311-05 R2011
VINO: Rapporto isotopico 13C/12C dell' etanolo (∂13C) - MOSTO: Rapporto isotopico 13C/12C dell' etanolo da fermentazione degli zuccheri (∂13C) - WINE: Isotopic ratio 13C/12C in ethanol ($ð^{13}C$) - MUST: Isotopic ratio 13C/12C in ethanol from residual sugar fermentation ($ð^{13}C$) (da -40‰ a -9‰ vs V-PDB) - (from -40‰ to -9‰ vs V-PDB)	OIV-MA-AS312-06 R2001

15A04243

DECRETO 5 maggio 2015.

Autorizzazione al laboratorio CE.FI.T. S.r.l., in Avola, al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo.

IL DIRETTORE GENERALE
PER LA PROMOZIONE
DELLA QUALITÀ AGROALIMENTARE E DELL'IPPICA

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle Amministrazioni pubbliche, ed in particolare l'art. 16, lettera *d)*;

Visto il decreto 18 marzo 2015, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 80 del 7 aprile 2015 con il quale al laboratorio CE.FI.T. S.r.l., ubicato in Avola (SR), Via Contrada Porretta, è stata rinnovata l'autorizzazione al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo;

Visto il decreto del 28 aprile 2015 di annullamento del citato decreto 18 marzo 2015;

Visto il regolamento (CE) n. 606/2009 della Commissione del 10 luglio 2009 recante alcune modalità di applicazione del regolamento (CE) n. 479/2008 del Consiglio per quanto riguarda le categorie di prodotti vitivinicoli, le pratiche enologiche e le relative restrizioni che all'art. 15 prevede per il controllo delle disposizioni e dei limiti stabiliti dalla normativa comunitaria per la produzione dei prodotti vitivinicoli l'utilizzo di metodi di analisi descritti nella Raccolta dei metodi internazionali d'analisi dei vini e dei mosti dell'OIV;

Visto il regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio del 17 dicembre 2013 recante organizzazione dei mercati dei prodotti agricoli e che abroga i regolamenti (CEE) n. 922/72, (CEE) n. 234/79, n. 1037/2001 e (CE) n. 1234/2007 e in particolare l'art. 80, dove è previsto che la Commissione adotta, ove necessario, atti di esecuzione che stabiliscono i metodi di cui all'art. 75, paragrafo 5, lettera *d)*, per i prodotti elencati nella parte II dell'allegato VII e che tali metodi si basano sui metodi pertinenti raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV), a meno che tali metodi siano inefficaci o inadeguati per conseguire l'obiettivo perseguito dall'Unione;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 del Parlamento europeo e del Consiglio del 17 dicembre che all'art. 80, ultimo comma, prevede che in attesa dell'adozione di tali metodi di esecuzione, i metodi e le regole da utilizzare sono quelli autorizzati dagli Stati membri interessati;

Visto il citato regolamento (UE) n. 1308/2013 che all'art. 146 prevede la designazione, da parte degli Stati membri, dei laboratori autorizzati ad eseguire analisi ufficiali nel settore vitivinicolo;

Considerato che il laboratorio sopra indicato ha dimostrato di avere ottenuto in data 17 febbraio 2015 l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, da parte di un organismo conforme alla norma UNI CEI EN ISO/IEC 17011 ed accreditato in ambito EA - European Cooperation for Accreditation;

Considerato che le prove indicate nell'elenco allegato sono metodi di analisi raccomandati e pubblicati dall'Organizzazione internazionale della vigna e del vino (OIV);

Considerato che con decreto 22 dicembre 2009 ACCREDIA è stato designato quale unico organismo italiano a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato;

Ritenuti sussistenti le condizioni e i requisiti concernenti il rilascio dell'autorizzazione in argomento;

Decreta:

Art. 1.

Il laboratorio CE.FI.T. S.r.l., ubicato in Avola (SR), Via Contrada Porretta, è autorizzato al rilascio dei certificati di analisi nel settore vitivinicolo limitatamente alle prove elencate in allegato al presente decreto.

Art. 2.

L'autorizzazione ha validità fino al 6 marzo 2019 data di scadenza dell'accreditamento.

Art. 3.

L'autorizzazione è automaticamente revocata qualora il laboratorio CE.FI.T. S.r.l. perda l'accreditamento relativamente alle prove indicate nell'allegato al presente decreto e del suo sistema qualità, in conformità alle prescrizioni della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025, rilasciato da ACCREDIA - L'Ente Italiano di Accreditamento designato con decreto 22 dicembre 2009 quale unico organismo a svolgere attività di accreditamento e vigilanza del mercato.

Art. 4.

1. Il laboratorio sopra citato ha l'onere di comunicare all'Amministrazione autorizzante eventuali cambiamenti sopravvenuti interessanti la struttura societaria, l'ubicazione del laboratorio, la dotazione strumentale, l'impiego del personale ed ogni altra modifica concernente le prove di analisi per le quali il laboratorio medesimo è accreditato.

2. L'omessa comunicazione comporta la sospensione dell'autorizzazione.

3. Sui certificati di analisi rilasciati e su ogni tipo di comunicazione pubblicitaria o promozionale diffusa, è necessario indicare che il provvedimento ministeriale riguarda solo le prove di analisi autorizzate.

4. L'Amministrazione si riserva la facoltà di verificare la sussistenza delle condizioni e dei requisiti su cui si fonda il provvedimento autorizzatorio, in mancanza di essi, l'autorizzazione sarà revocata in qualsiasi momento.

Il presente decreto è pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana ed entra in vigore il giorno successivo alla sua pubblicazione.

Roma, 5 maggio 2015

Il direttore generale: GATTO

ALLEGATO

Denominazione della prova	Norma/metodo
Acidità totale	OIV MA-AS313-01-R2009

15A04251

MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO

DECRETO 5 maggio 2015.

Liquidazione coatta amministrativa della «Alto Vomano società cooperativa agricola a r.l.», in Crognaleto e nomina del commissario liquidatore.

IL MINISTRO DELLO SVILUPPO ECONOMICO

Visto il decreto del Presidente del Consiglio dei ministri 5 dicembre 2013, n. 158, recante il regolamento di organizzazione del Ministero dello sviluppo economico, per le competenze in materia di vigilanza sugli enti cooperativi;

Visto il decreto-legge 6 luglio 2012, n. 95, convertito nella legge 7 agosto 2012, n. 135;

Vista la sentenza dell'11 dicembre 2014 n. 238/2014 del Tribunale di Teramo con la quale è stato dichiarato lo stato d'insolvenza della società cooperativa «Alto Vomano Società cooperativa agricola a r.l.»;

Considerato quanto emerge dalla visura camerale aggiornata, effettuata d'ufficio presso il competente registro delle imprese, relativamente agli organi societari, alla sede sociale ed al rispetto degli obblighi relativi ai depositi di bilancio;

Vista la proposta con la quale la direzione generale per la vigilanza sugli enti, il sistema cooperativo e le gestioni commissariali all'esito dell'istruttoria condotta, propone l'adozione del provvedimento di sottoposizione della cooperativa in oggetto alla procedura di liquidazione coatta amministrativa;

Visto l'art. 195 del regio decreto 16 marzo 1942, n. 267, e ritenuta la necessità di disporne la liquidazione coatta amministrativa;

Visto l'art. 198 del regio decreto 16 marzo 1942, n. 267;

Decreta:

Art. 1.

La società cooperativa «Alto Vomano Società cooperativa agricola a r.l.», con sede in Crognaleto (TE) (codice fiscale 00628580672) è posta in liquidazione coatta amministrativa, ai sensi dell'art. 2545-*terdecies* c.c.

Considerati gli specifici requisiti professionali, come risultanti dal *curriculum vitae*, è nominato commissario liquidatore il dott. Nicola Bomba (c.f. BMBNCL-58D07E435L) nato a Lanciano (CH) il 7 aprile 1958 e ivi domiciliato in Viale Marconi, n. 7.

Art. 2.

Con successivo provvedimento sarà definito il trattamento economico del commissario liquidatore ai sensi della legislazione vigente.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Il presente provvedimento potrà essere impugnato dinnanzi al competente Tribunale amministrativo regionale, ovvero a mezzo di ricorso straordinario al Presidente della Repubblica ove ne sussistano i presupposti di legge.

Roma, 5 maggio 2015

Il Ministro: GUIDI

15A04246

DECRETO 6 maggio 2015.

Liquidazione coatta amministrativa della «Le Reti di Kilim società cooperativa in liquidazione», in Firenze e nomina del commissario liquidatore.

IL MINISTRO
DELLO SVILUPPO ECONOMICO

Visto il decreto del Presidente del Consiglio dei ministri 5 dicembre 2013, n. 158, recante il regolamento di organizzazione del Ministero dello sviluppo economico, per le competenze in materia di vigilanza sugli enti cooperativi;

Visto il decreto-legge 6 luglio 2012, n. 95, convertito nella legge 7 agosto 2012, n. 135;

Viste le risultanze ispettive dalle quali si rileva lo stato d'insolvenza della società cooperativa «Le Reti di Kilim Società cooperativa in liquidazione»;

Considerato quanto emerge alla visura camerale aggiornata, effettuata d'ufficio presso il competente registro delle imprese, dalla quale si evince che l'ultimo bilancio depositato dalla cooperativa, riferito all'esercizio al 31 dicembre 2013, evidenzia una condizione di sostanziale insolvenza in quanto, a fronte di un attivo patrimoniale di € 26.105,00, si riscontra una massa debitoria di € 77.047,00 ed un patrimonio netto negativo di € - 50.942,00;

Considerato che è stato assolto l'obbligo di cui all'art. 7 della legge 7 agosto 1990 n. 241, dando comunicazione dell'avvio del procedimento a tutti i soggetti interessati, che non hanno formulato osservazioni e/o controdeduzioni;

Visto l'art. 2545-*terdecies* c.c. e ritenuto di dover disporre la liquidazione coatta amministrativa della suddetta società;

Visto l'art. 198 del regio decreto 16 marzo 1942, n. 267;

Decreta:

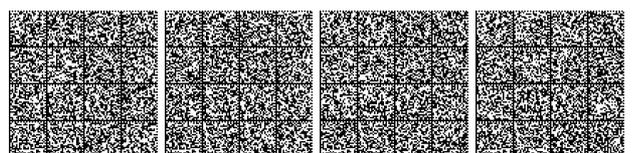
Art. 1.

La società cooperativa «Le Reti di Kilim Società cooperativa in liquidazione», con sede in Firenze (codice fiscale 05610390485) è posta in liquidazione coatta amministrativa, ai sensi dell'art. 2545-*terdecies* c.c..

Considerati gli specifici requisiti professionali, come risultanti dal *curriculum vitae* è nominato commissario liquidatore il rag. Claudio Ciardella (c.f. CRDCLD75C-24D612W), nato a Firenze il 24 marzo 1975 ed ivi domiciliato, via Giosuè Carducci n. 16.

Art. 2.

Con successivo provvedimento sarà definito il trattamento economico del Commissario liquidatore ai sensi della legislazione vigente.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Il presente provvedimento a essere impugnato dinnanzi al competente Tribunale amministrativo regionale, ovvero a mezzo di ricorso straordinario al Presidente della Repubblica ove ne sussistano i presupposti di legge.

Roma, 6 maggio 2015

Il Ministro: GUIDI

15A04247

DECRETO 7 maggio 2015.

Liquidazione coatta amministrativa della «Prontoservizi società cooperativa sociale Onlus», in Cremona e nomina del commissario liquidatore.

IL MINISTRO
DELLO SVILUPPO ECONOMICO

Visto il decreto del Presidente del Consiglio dei ministri 5 dicembre 2013, n.158, recante il regolamento di organizzazione del Ministero dello sviluppo economico, per le competenze in materia di vigilanza sugli enti cooperativi;

Visto il decreto-legge 6 luglio 2012, n. 95, convertito nella legge 7 agosto 2012, n. 135;

Vista l'istanza con la quale la Confederazione cooperative italiane ha chiesto che la società «Prontoservizi Società cooperativa sociale Onlus» sia ammessa alla procedura di liquidazione coatta amministrativa;

Viste le risultanze della revisione dell'Associazione di rappresentanza dalle quali si rileva lo stato d'insolvenza della suddetta società cooperativa;

Considerato quanto emerge dalla visura camerale aggiornata, effettuata d'ufficio presso il competente registro delle imprese, dalla quale si evince che l'ultimo bilancio depositato dalla cooperativa, riferito all'esercizio 31 dicembre 2013, evidenzia una condizione di sostanziale insolvenza in quanto, a fronte di un attivo circolante € 1.067.464,00, si riscontra una massa debitoria a breve di € 1.267.449,00 ed una perdita d'esercizio di € 95.760,00;

Considerato che é stato assolto l'obbligo di cui all'art. 7 della legge 7 agosto 1990 n. 241, dando comunicazione dell'avvio del procedimento a tutti i soggetti interessati e che il legale rappresentante ha formalizzato la rinuncia alle controdeduzioni e il consenso alla liquidazione coatta amministrativa;

Visto l'art. 2545-*terdecies* c.c. e ritenuto di dover disporre la liquidazione coatta amministrativa della suddetta società;

Visto l'art. 198 del regio decreto 16 marzo 1942, n. 267;

Tenuto conto, ai sensi dell'art. 9 della legge 17 luglio 1975, n. 400, delle designazioni dell'Associazione nazionale di rappresentanza alla quale il sodalizio risulta aderente;

Decreta:

Art. 1.

La società cooperativa «Prontoservizi Società cooperativa sociale Onlus», con sede in Cremona (CR) (codice fiscale 01134190196) è posta in liquidazione coatta amministrativa, ai sensi dell'art. 2545-*terdecies* c.c.

Considerati gli specifici requisiti professionali, come risultanti dal *curriculum vitae*, è nominato commissario liquidatore il dott. Paolo Castaldi (c.f. CSTPLA7R-29G535K), nato a Piacenza (PC) il 26 ottobre 1971, e domiciliato in Milano (MI) via Mascheroni, n. 15.

Art. 2.

Con successivo provvedimento sarà definito il trattamento economico del commissario liquidatore ai sensi della legislazione vigente.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Il presente provvedimento potrà sere impugnato dinnanzi al competente Tribunale amministrativo regionale, ovvero a mezzo di ricorso straordinario al Presidente della Repubblica ove ne sussistano i presupposti di legge.

Roma, 7 maggio 2015

D'ordine del Ministro
Il Capo di Gabinetto
COZZOLI

15A04244

DECRETO 7 maggio 2015.

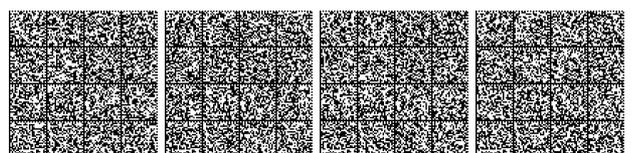
Liquidazione coatta amministrativa della «Soc. coop. Essegi - Servizi globali in liquidazione», in Padova e nomina del commissario liquidatore.

IL MINISTRO
DELLO SVILUPPO ECONOMICO

Visto il decreto del Presidente del Consiglio dei ministri 5 dicembre 2013, n. 158, recante il regolamento di organizzazione del Ministero dello sviluppo economico, per le competenze in materia di vigilanza sugli enti cooperativi;

Visto il decreto-legge 6 luglio 2012, n. 95, convertito nella legge 7 agosto 2012, n. 135;

Vista l'istanza con la quale la Lega nazionale delle cooperative e mutue ha chiesto che la società «Soc. Coop. Essegi - Servizi Globali in liquidazione» con sede in Padova (PD), sia ammessa alla procedura di liquidazione coatta amministrativa;

Considerato quanto emerge dalla visura camerale aggiornata, effettuata d'ufficio presso il competente registro delle imprese e dalla situazione patrimoniale aggiornata al 31 agosto 2014 da cui si evidenzia una condizione di sostanziale insolvenza in quanto, a fronte di un attivo circolante di € 1.048.789,00 si riscontra una massa debitoria

a breve di € 1.393.381,00 ed un patrimonio netto negativo di € 104.745,00;

Considerato che è stato assolto l'obbligo di cui all'art. 7 della legge 7 agosto 1990 n. 241, dando comunicazione dell'avvio del procedimento a tutti i soggetti interessati e che il legale rappresentante della suddetta società ha dichiarato formalmente di non opporsi al provvedimento di liquidazione coatta amministrativa e di rinunciare a presentare le controdeduzioni;

Visto, l'art. 2545-*terdecies* c.c. e ritenuto di dover disporre la liquidazione coatta amministrativa della suddetta società;

Visto l'art. 198 del regio decreto 16 marzo 1942, n. 267;

Tenuto conto, ai sensi dell'art. 9 della legge 17 luglio 1975, n. 400, delle designazioni dell'Associazione nazionale di rappresentanza alla quale il sodalizio risulta aderente;

Decreta:

Art. 1.

La società cooperativa «Soc. Coop. Essegi - Servizi Globali in liquidazione» con sede in Padova (PD), (codice fiscale 03349250286) è posta in liquidazione coatta amministrativa, ai sensi dell'art. 2545-*terdecies* c.c.

Considerati gli specifici requisiti professionali, come risultanti dal *curriculum vitae*, è nominato commissario liquidatore la dott.ssa Adriana Esposito (c.f. SPSDRN-60P62H501I), nata a Roma il 22 settembre 1960, domiciliata in Piazza A. De Gasperi n. 12B - Padova.

Art. 2.

Con successivo provvedimento sarà definito il trattamento economico del Commissario liquidatore ai sensi della legislazione vigente.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Il presente provvedimento potrà essere impugnato dinnanzi al competente Tribunale amministrativo regionale, ovvero a mezzo di ricorso straordinario al Presidente della Repubblica ove ne sussistano i presupposti di legge.

Roma, 7 maggio 2015

D'ordine del Ministro
Il Capo di Gabinetto
COZZOLI

15A04245

DECRETO 7 maggio 2015.

Liquidazione coatta amministrativa della «Tagete società cooperativa edificatrice in liquidazione», in Calenzano e nomina del commissario liquidatore.

IL MINISTRO
DELLO SVILUPPO ECONOMICO

Visto il decreto del Presidente del Consiglio dei ministri 5 dicembre 2013, n. 158, recante il regolamento di organizzazione del Ministero dello sviluppo economico, per le competenze in materia di vigilanza sugli enti cooperativi;

Visto il decreto-legge 6 luglio 2012, n. 95, convertito nella legge 7 agosto 2012, n. 135;

Viste le risultanze ispettive dalle quali si rileva lo stato d'insolvenza della società cooperativa «Tagete Società cooperativa edificatrice in liquidazione»;

Considerato quanto emerge dalla visura camerale aggiornata, effettuata d'ufficio presso il competente registro delle imprese, dalla quale si evince che l'ultimo bilancio depositato dalla cooperativa riferito all'esercizio al 31 dicembre 2013, evidenzia una condizione di sostanziale insolvenza in quanto, a fronte di un attivo patrimoniale di € 1.435.557,00, si riscontra una massa debitoria di € 1.638.119,00 ed un patrimonio netto negativo di € - 832.108,00;

Considerato che è stato assolto l'obbligo di cui all'art. 7 della legge 7 agosto 1990 n. 241, dando comunicazione dell'avvio del procedimento a tutti i soggetti interessati, che non hanno formulato osservazioni e/o controdeduzioni;

Visto l'art. 2545-*terdecies* c.c. e ritenuto di dover disporre la liquidazione coatta amministrativa della suddetta società;

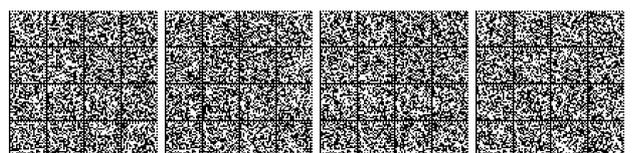
Visto l'art. 198 del regio decreto 16 marzo 1942, n. 267;

Tenuto conto, ai sensi dell'art. 9 della legge 17 luglio 1975, n. 400, delle designazioni dell'Associazione nazionale di rappresentanza alla quale il sodalizio risulta aderente;

Decreta:

Art. 1.

La società cooperativa «Tagete Società cooperativa edificatrice in liquidazione», con sede in Calenzano (FI) (codice fiscale 05358320488) è posta in liquidazione coatta amministrativa, ai sensi dell'art. 2545-*terdecies* c.c..

Considerati gli specifici requisiti professionali, come risultanti dal *curriculum vitae*, è nominato commissario liquidatore la dott.ssa Francesca Brazzini, (c.f. BRZFN-C62A57D612B) nata a Firenze il 17 gennaio 1962, e ivi domiciliata in via Leone X, n. 4.

Art. 2.

Con successivo provvedimento sarà definito il trattamento economico del Commissario liquidatore ai sensi della legislazione vigente.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Il presente provvedimento potrà essere impugnato dinnanzi al competente Tribunale regionale amministrativo regionale, ovvero a mezzo di ricorso straordinario al Presidente della Repubblica ove ne sussistano i presupposti di legge.

Roma, 7 maggio 2015

D'ordine del Ministro
Il Capo di Gabinetto
COZZOLI

15A04248

DECRETO 7 maggio 2015.

Liquidazione coatta amministrativa della «La Cavrigliese società cooperativa in liquidazione», in Cavriglia e nomina del commissario liquidatore.

IL MINISTRO
DELLO SVILUPPO ECONOMICO

Visto il decreto del Presidente del Consiglio dei ministri 5 dicembre 2013, n. 158, recante il regolamento di organizzazione del Ministero dello sviluppo economico, per le competenze in materia di vigilanza sugli enti cooperativi;

Visto il decreto-legge 6 luglio 2012, n. 95, convertito nella legge 7 agosto 2012, n. 135;

Vista l'istanza con la quale la LEGACOOP ha chiesto che la società «La Cavrigliese società cooperativa in liquidazione» sia ammessa alla procedura di liquidazione coatta amministrativa;

Viste le risultanze della revisione dell'Associazione di rappresentanza dalle quali si rileva lo stato d'insolvenza della suddetta società cooperativa;

Considerato quanto emerge dalla visura camerale aggiornata, effettuata d'ufficio presso il competente registro delle imprese, e dalla situazione patrimoniale aggiornata al 31 dicembre 2014, da cui si evidenzia una condizione di sostanziale insolvenza in quanto, a fronte di un attivo patrimoniale di € 3.322,00, si riscontra una massa debitoria di € 15.991,00 e un patrimonio netto negativo pari a € -12.991,00;

Considerato che è stato assolto l'obbligo di cui all'art. 7 della legge 7 agosto 1990, n. 241, dando comunicazione dell'avvio del procedimento a tutti i soggetti interessati, che non hanno formulato osservazioni e/o controdeduzioni;

Visto l'art. 2545-*terdecies* c.c. e ritenuto di dover disporre la liquidazione coatta amministrativa della suddetta società;

Visto l'art. 198 del regio decreto 16 marzo 1942, n. 267;

Tenuto conto, ai sensi dell'art. 9 della legge 17 luglio 1975, n. 400, delle designazioni dell'Associazione nazionale di rappresentanza alla quale il sodalizio risulta aderente;

Decreta:

Art. 1.

La società cooperativa «La Cavrigliese società cooperativa in liquidazione», con sede in Cavriglia (AR) (codice fiscale 01284030515) è posta in liquidazione coatta amministrativa, ai sensi dell'art. 2545-*terdecies* c.c.

Considerati gli specifici requisiti professionali, come risultanti dal *curriculum vitae*, è nominato commissario liquidatore il dott. Maurizio Migliorini, (codice fiscale: MGLMRZ58Al2F656L) nato a Montevarchi (AR) il 12 gennaio 1958, e domiciliata in Firenze viale Gramsci n. 53.

Art. 2.

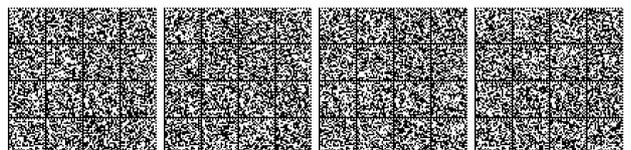
Con successivo provvedimento sarà definito il trattamento economico del commissario liquidatore ai sensi della legislazione vigente.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Il presente provvedimento potrà essere impugnato dinnanzi al competente Tribunale amministrativo regionale, ovvero a mezzo di ricorso straordinario al Presidente della Repubblica ove ne sussistano i presupposti di legge.

Roma, 7 maggio 2015

D'ordine del Ministro
il Capo di Gabinetto
COZZOLI

15A04249

DECRETI E DELIBERE DI ALTRE AUTORITÀ

AGENZIA ITALIANA DEL FARMACO

DETERMINA 20 maggio 2015.

Riclassificazione del medicinale per uso umano «Sinvacor», ai sensi dell'articolo 8, comma 10, della legge 24 dicembre 1993, n. 537. (Determina n. 644/2015).

IL DIRETTORE GENERALE

Visti gli articoli 8 e 9 del decreto legislativo 30 luglio 1999, n. 300;

Visto l'art. 48 del decreto-legge 30 settembre 2003 n.269, convertito nella legge 24 novembre 2003, n. 326, che istituisce l'Agenzia Italiana del Farmaco;

Visto il decreto del Ministro della salute di concerto con i Ministri della funzione pubblica e dell'economia e finanze in data 20 settembre 2004, n.245 recante norme sull'organizzazione ed il funzionamento dell'Agenzia italiana del farmaco, a norma del comma 13 dell'art. 48 sopra citato come modificato dal decreto n. 53 del Ministro della salute, di concerto con i Ministri per la pubblica amministrazione e la semplificazione e dell'economia e delle finanze del 29 marzo 2012;

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165;

Vista la legge 15 luglio 2002, n.145;

Visto il decreto del Ministro della Salute dell'8 novembre 2011, registrato dall'Ufficio centrale del bilancio al registro "Visti semplici", foglio n. 1282, in data 14 novembre 2011, con cui è stato nominato direttore generale dell'Agenzia italiana del farmaco il Prof. Luca Pani, a decorrere dal 16 novembre 2011;

Vista la legge 24 dicembre 1993, n. 537, concernente "Interventi correttivi di finanza pubblica" con particolare riferimento all'art. 8;

Visto l'art. 1, comma 40, della legge 23 dicembre 1996, n. 662, recante "Misure di razionalizzazione della finanza pubblica", che individua i margini della distribuzione per aziende farmaceutiche, grossisti e farmacisti;

Visto l'articolo 48, comma 33, legge 24 novembre 2003, n. 326, che dispone la negoziazione del prezzo per i prodotti rimborsati dal S.S.N. tra Agenzia e titolari di autorizzazioni;

Visto il decreto legislativo 24 aprile 2006, n. 219, pubblicato sulla *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 142 del 21 giugno 2006, concernente l'attuazione della direttiva 2001/83/CE (e successive direttive di modifica) relativa ad un codice comunitario concernenti i medicinali per uso umano nonché della direttiva 2003/94/CE;

Visto il decreto-legge 28 aprile 2009, n. 39, convertito nella legge 24 giugno 2009, n. 77, con il quale all'art. 13 comma 1, lettera *b)* viene rideterminata la quota di spettanza per le aziende farmaceutiche, prevista all'art. 1 comma 40 della legge 23 dicembre 1996, n. 662, nel 58,65 per cento del prezzo al pubblico al netto dell'imposta sul valore aggiunto;

Vista la delibera CIPE del 1° febbraio 2001;

Vista la determinazione 29 ottobre 2004 "Note AIFA 2004 (Revisione delle note CUF)", pubblicata nel supplemento ordinario alla *Gazzetta Ufficiale* n. 259 del 4 novembre 2004 e successive modificazioni;

Vista la determinazione AIFA del 3 luglio 2006 pubblicata nella *Gazzetta Ufficiale*, serie generale n. 156 del 7 luglio 2006;

Vista la determinazione AIFA del 27 settembre 2006 pubblicata nella *Gazzetta Ufficiale*, serie generale n. 227, del 29 settembre 2006 concernente "Manovra per il governo della spesa farmaceutica convenzionata e non convenzionata";

Visto il decreto con il quale la società GMM FARMA S.R.L. è stata autorizzata all'importazione parallela del medicinale SINVACOR;

Vista la Determinazione di classificazione in fascia C(nn) ai sensi dell'art. 12, comma 5, del decreto-legge 13 settembre 2012, n. 158, convertito, con modificazioni, dalla legge 8 novembre 2012, n. 189;

Vista la domanda con la quale la ditta GMM Farma S.r.l. ha chiesto la riclassificazione della confezione codice AIC n. 043655012;

Visto il parere della Commissione consultiva tecnico scientifica del 23 marzo 2015;

Vista la deliberazione n. 9 del 30 aprile 2015 del Consiglio di amministrazione dell'AIFA adottata su proposta del direttore generale;

Determina:

Art. 1.

Classificazione ai fini della rimborsabilità

Il medicinale SINVACOR nelle confezioni sotto indicate è classificato come segue:

Confezione

«20 mg compresse rivestite con film» 28 compresse - AIC n. 043655012 (in base 10) 19N7V4 (in base 32)

Classe di rimborsabilità «A Nota 13»

Prezzo ex factory (IVA esclusa) € 5,10

Prezzo al pubblico (IVA inclusa) € 8,41.

Art. 2.

Classificazione ai fini della fornitura

La classificazione ai fini della fornitura del medicinale SINVACOR è la seguente: Medicinale soggetto a prescrizione medica (RR).

Art. 3.

Disposizioni finali

La presente determinazione ha effetto dal giorno successivo alla sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana, e sarà notificata alla società titolare dell'autorizzazione all'immissione in commercio.

Roma, 20 maggio 2015

Il direttore generale: PANI

15A04166

DETERMINA 20 maggio 2015.

Riclassificazione del medicinale per uso umano «Tarflec», ai sensi dell'articolo 8, comma 10, della legge 24 dicembre 1993, n. 537. (Determina n. 643/2015).

IL DIRETTORE GENERALE

Visti gli articoli 8 e 9 del decreto legislativo 30 luglio 1999, n. 300;

Visto l'art. 48 del decreto-legge 30 settembre 2003 n.269, convertito nella legge 24 novembre 2003,n.326 , che istituisce l'Agenzia italiana del farmaco;

Visto il decreto del Ministro della salute di concerto con i Ministri della funzione pubblica e dell'economia e finanze in data 20 settembre 2004, n. 245 recante norme sull'organizzazione ed il funzionamento dell'Agenzia italiana del farmaco, a norma del comma 13 dell'art. 48 sopra citato come modificato dal decreto n. 53 del Ministro della salute, di concerto con i Ministri per la pubblica amministrazione e la semplificazione e dell'economia e delle finanze del 29 marzo 2012;

Visto il decreto legislativo 30 marzo 2001, n. 165;

Vista la legge 15 luglio 2002, n.145

Visto il decreto del Ministro della Salute dell'8 novembre 2011, registrato dall'Ufficio centrale del bilancio al registro "Visti semplici", foglio n. 1282, in data 14 novembre 2011, con cui è stato nominato direttore generale dell'Agenzia italiana del farmaco il Prof. Luca Pani, a decorrere dal 16 novembre 2011;

Vista la legge 24 dicembre 1993, n. 537, concernente "Interventi correttivi di finanza pubblica" con particolare riferimento all'art. 8;

Visto l'art. 1, comma 40, della legge 23 dicembre 1996, n. 662, recante "Misure di razionalizzazione della finanza pubblica", che individua i margini della distribuzione per aziende farmaceutiche, grossisti e farmacisti;

Visto l'articolo 48, comma 33, legge 24 novembre 2003, n. 326, che dispone la negoziazione del prezzo per i prodotti rimborsati dal S.S.N. tra Agenzia e titolari di autorizzazioni;

Visto il decreto legislativo 24 aprile 2006, n. 219, pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana n. 142 del 21 giugno 2006, concernente l'attuazione della direttiva 2001/83/CE (e successive direttive di modifica) relativa ad un codice comunitario concernenti i medicinali per uso umano nonché della direttiva 2003/94/CE;

Visto il decreto-legge 28 aprile 2009, n. 39, convertito nella legge 24 giugno 2009, n. 77, con il quale all'art. 13 comma 1, lettera *b)* viene rideterminata la quota di spettanza per le aziende farmaceutiche, prevista all'art. 1 comma 40 della legge 23 dicembre 1996, n. 662, nel 58,65 per cento del prezzo al pubblico al netto dell'imposta sul valore aggiunto;

Vista la delibera CIPE del 1° febbraio 2001;

Vista la determinazione 29 ottobre 2004 "Note AIFA 2004 (Revisione delle note CUF)", pubblicata nel supplemento ordinario alla *Gazzetta Ufficiale* n. 259 del 4 novembre 2004 e successive modificazioni;

Vista la determinazione AIFA del 3 luglio 2006 pubblicata nella *Gazzetta Ufficiale*, serie generale n. 156 del 7 luglio 2006;

Vista la determinazione AIFA del 27 settembre 2006 pubblicata nella *Gazzetta Ufficiale*, serie generale n. 227, del 29 settembre 2006 concernente "Manovra per il governo della spesa farmaceutica convenzionata e non convenzionata";

Visto il decreto con il quale la società PFIZER Italia S.r.l. è stata autorizzata all'immissione in commercio del medicinale TARFLEC;

Vista la determinazione relativa alla classificazione del medicinale ai sensi dell'art. 12, comma 5, legge 8 novembre 2012 n. 189;

Vista la domanda con la quale la ditta PFIZER Italia S.r.l. ha chiesto la riclassificazione delle confezioni codice AIC n. 042854024, AIC n. 042854048, AIC n. 042854063, AIC n. 042854087;

Visto il parere della Commissione consultiva tecnico-scientifica del 12 maggio 2014;

Visto il parere del Comitato prezzi e rimborso nella seduta del 5 marzo 2015;

Vista la deliberazione n. 9 del 30 aprile 2015 del Consiglio di amministrazione dell'AIFA adottata su proposta del direttore generale;

Determina:

Art. 1.

Classificazione ai fini della rimborsabilità

Il medicinale TARFLEC nelle confezioni sotto indicate è classificato come segue:

Confezione

«50 mg capsule rigide rilascio prolungato» 30 capsule in blister PVC/PVDC/AL - AIC n. 042854024 (in base 10) 18VTN8 (in base 32)

Classe di rimborsabilità «A».

Prezzo ex factory (IVA esclusa) € 3,99.

Prezzo al pubblico (IVA inclusa) € 6,59.

Confezione

«100 mg capsule rigide rilascio prolungato» 30 capsule in blister PVC/PVDC/AL - AIC n. 042854048 (in base 10) 18VTP0 (in base 32)

Classe di rimborsabilità «A»

Prezzo ex factory (IVA esclusa) € 7,99

Prezzo al pubblico (IVA inclusa) € 13,19

Confezione

“150 mg capsule rigide rilascio prolungato” 30 capsule in blister PVC/PVDC/AL - AIC n. 042854063 (in base 10) 18VTPH (in base 32)

Classe di rimborsabilità «A»

Prezzo ex factory (IVA esclusa) € 11,99

Prezzo al pubblico (IVA inclusa) € 19,79

Confezione

“200 mg capsule rigide rilascio prolungato” 30 capsule in blister PVC/PVDC/AL - AIC n. 042854087 (in base 10) 18VTQ7 (in base 32)

Classe di rimborsabilità «A»

Prezzo ex factory (IVA esclusa) € 15,99

Prezzo al pubblico (IVA inclusa) € 26,39

Validità del contratto: 24 mesi

Art. 2.

Classificazione ai fini della fornitura

La classificazione ai fini della fornitura del medicinale TARFLEC è la seguente: Medicinale soggetto a prescrizione medica (RR).

Art. 3.

Disposizioni finali

La presente determinazione ha effetto dal giorno successivo alla sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana, e sarà notificata alla società titolare dell’autorizzazione all’immissione in commercio

Roma, 20 maggio 2015

Il direttore generale: PANI

15A04167

COMITATO INTERMINISTERIALE PER LA PROGRAMMAZIONE ECONOMICA

DELIBERA 20 febbraio 2015.

Assegnazione di risorse del Fondo integrativo speciale per la ricerca per il finanziamento del progetto di competenza del MIUR: «Social Impact Finance - una rete per la ricerca» - ai sensi del decreto legislativo n. 204/1998, articolo 2. (Delibera n. 37/2015).

IL COMITATO INTERMINISTERIALE
PER LA PROGRAMMAZIONE ECONOMICA

Visto il decreto legislativo 5 giugno 1998, n. 204, recante disposizioni per il coordinamento, la programmazione e la valutazione della politica nazionale relativa alla ricerca scientifica e tecnologica che, all’art. 1, prevede l’istituzione, nello stato di previsione del Ministero del tesoro del bilancio e della programmazione economica di un Fondo integrativo speciale per la ricerca (FISR) per il finanziamento di specifici interventi di particolare rilevanza strategica indicati nel Programma nazionale della ricerca (PNR) e, all’art. 2, stabilisce che questo Comitato deliberi in ordine all’utilizzo del FISR;

Vista la propria delibera 23 marzo 2011, n. 2 (*Gazzetta Ufficiale* n. 195/2011), con la quale questo Comitato ha approvato il Piano nazionale di ricerca (PNR) 2011-2013 nel quale si evidenzia tra l’altro il principio di precauzione e di responsabilità della ricerca ai fini della «sostenibilità», nei confronti delle tematiche sociali, ambientali ed economiche nonché l’importanza dell’impatto della ricerca sul benessere dei cittadini;

Vista la nota del Ministro dell’istruzione, dell’università e della ricerca n. 36022 del 18 dicembre 2014, con la quale - ai sensi del citato art. 2 del decreto legislativo n. 204/1998 - viene proposto il finanziamento a valere sul FISR di un importo di 1 milione di euro a favore del progetto «Social impact finance - una rete per la ricerca»;

Considerato che, come evidenziato nella detta proposta n. 36022/2014, si tratta di un progetto di durata triennale, per sviluppare modelli di innovazione finanziaria in risposta ai bisogni sociali garantendo monitoraggio e accompagnamento, da selezionare con gara a procedura aperta;

Ritenuto necessario che il Ministero dell’istruzione, università e ricerca, in attuazione di quanto previsto al punto 3 della propria delibera n. 2/2011, riferisca a questo Comitato sullo stato di attuazione del PNR 2011-2013;

Ritenuto altresì necessario che il detto Ministero sottoponga all’esame di questo Comitato il nuovo PNR ai sensi del citato art. 1 del decreto legislativo n. 204/1998, anche al fine di poter definire le linee strategiche di settore nel cui ambito ricomprendere il finanziamento di specifici interventi;

Ritenuto in particolare che il progetto «Social impact finance - una rete per la ricerca», oggetto della presente deliberazione di questo Comitato, debba essere contemplato tra i progetti strategici del nuovo PNR, anche al fine di continuare a promuove l’attenzione sull’impatto della ricerca sul benessere dei cittadini;

Tenuto conto che il Ministero dell’istruzione, dell’università e della ricerca, con nota n. 1897 del 19 dicembre 2014 ha chiesto al Ministero dell’economia e delle finanze l’impegno della somma di 24.116.000 euro, conservata per l’anno 2014 a valere sulla disponibilità di risorse del FISR (capitolo 7310/MEF), utilizzabili tra l’altro per il finanziamento del citato progetto «Social impact finance - una rete per la ricerca»;

Tenuto conto dell’esame della proposta svolto ai sensi del vigente regolamento di questo Comitato (art. 3 della delibera 30 aprile 2012, n. 62);

Vista la odierna nota n. 839-P, predisposta congiuntamente dal Dipartimento per la programmazione e il coordinamento della politica economica della Presidenza del Consiglio dei ministri e dal Ministero dell’economia e delle finanze contenente le osservazioni e le prescrizioni da recepire nella presente delibera;

Su proposta del Ministro dell’istruzione, l’università e la ricerca;

Delibera:

1. A valere sul Fondo integrativo speciale per la ricerca (FISR) è disposta, ai sensi dell'art. 2, comma 1, lettera *b)*, del decreto legislativo n. 204/1998, l'assegnazione della somma di 1 milione di euro a favore del Ministero dell'istruzione, università e ricerca per la realizzazione del progetto «Social impact finance - una rete per la ricerca», di durata triennale, concernente la selezione - mediante gara a procedura aperta - di un progetto di ricerca per sviluppare modelli di innovazione finanziaria in risposta ai bisogni sociali garantendo monitoraggio e accompagnamento.

2. Il Ministero dell'istruzione, università e ricerca presenterà a questo Comitato una relazione sullo stato di realizzazione - al 31 dicembre di ciascun anno del periodo di riferimento - dell'intervento finanziato con la presente delibera e sull'utilizzazione delle relative risorse.

3. Il Ministero dell'istruzione, università e ricerca, in attuazione di quanto previsto al punto 3 della propria delibera n. 2/2011, inoltre, riferirà a questo Comitato sullo stato di attuazione del PNR 2011-2013.

4. Il Ministero dell'istruzione, università e ricerca, infine, sottoporrà all'esame di questo Comitato, ai sensi del citato art. 1 del decreto legislativo n. 204/1998, il nuovo PNR che conseguentemente avrà, tra i progetti strategici contemplati, il progetto «Social impact finance - una rete per la ricerca», oggetto della presente delibera.

Roma, 20 febbraio 2015

Il Presidente: RENZI

Il Segretario: LOTTI

Registrato alla Corte dei conti il 22 maggio 2015
Ufficio controllo atti Ministero economia e finanze, reg.ne prev. n. 1599

15A04316

SEGRETARIATO GENERALE DELLA GIUSTIZIA AMMINISTRATIVA

DECRETO 25 maggio 2015.

Disciplina della dimensione dei ricorsi e degli altri atti difensivi nel rito appalti.

IL PRESIDENTE
DEL CONSIGLIO DI STATO

Visto l'art. 120 dell'allegato I al decreto legislativo 2 luglio 2010, n. 104, come modificato dall'art. 40 del decreto legge 24 giugno 2014, n. 90, convertito in legge 11 agosto 2014, n. 114, nella parte in cui dispone che le dimensioni del ricorso e degli altri atti difensivi sono contenute nei termini stabiliti con decreto del Presidente del Consiglio di Stato, in coerenza con il principio di sinteticità di cui all'art. 3, comma 2, del medesimo allegato I al decreto legislativo n. 104 del 2010;

Ravvisata la necessità di emanare tale decreto;

Sentiti il Consiglio nazionale forense e l'Avvocato generale dello Stato, nonché le associazioni di categoria riconosciute degli avvocati amministrativisti;

Decreta:

1. Il presente decreto disciplina la dimensione dei ricorsi e degli altri atti difensivi nei giudizi di cui all'art. 120 dell'allegato I al decreto legislativo 2 luglio 2010, n. 104, come modificato dall'art. 40 del decreto legge 24 giugno 2014, n. 90, convertito in legge 11 agosto 2014, n. 114.

2. Salvo quanto previsto ai numeri 8 e 9, le dimensioni dell'atto introduttivo del giudizio, del ricorso incidentale, dei motivi aggiunti, degli atti di impugnazione principale ed incidentale della pronuncia di primo grado, della revocazione e dell'opposizione di terzo proposti avverso la sentenza di secondo grado, dell'atto di costituzione, delle memorie e di ogni altro atto difensivo non espressamente disciplinato dai numeri seguenti, sono contenute, per ciascuno di tali atti, nel numero massimo di 30 pagine, redatte in conformità alle specifiche indicate al numero 12.

3. La domanda di misure cautelari autonomamente proposta successivamente al ricorso e quella di cui all'art. 111 del codice del processo amministrativo sono contenute, per ciascuno di tali atti, nel numero massimo di 10 pagine.

4. Le memorie di replica sono contenute, ciascuna, nel numero massimo di 10 pagine.

5. L'atto di intervento e le memorie della parte non necessaria del giudizio sono contenute, per ciascun atto, nel numero massimo di 10 pagine.

6. La dimensione dell'atto di motivi aggiunti è autonomamente computabile soltanto qualora venga proposto in relazione ad atti o fatti la cui conoscenza sia intervenuta successivamente a quella degli atti impugnati con il ricorso cui accede.

7. Dai limiti di cui ai numeri 2, 3, 4, e 5 sono escluse le intestazioni e le altre indicazioni formali dell'atto, comprendenti, in particolare:

- l'epigrafe dell'atto;
- l'indicazione delle parti e dei difensori e relative formalità;
- l'individuazione dell'atto impugnato;
- il riassunto preliminare, di lunghezza non eccedente le due pagine, che sintetizza i motivi dell'atto processuale;

- le ragioni, indicate in non oltre due pagine, per le quali l'atto processuale rientri nelle ipotesi di cui ai numeri 8 o 9 e la relativa istanza ai fini di quanto previsto dal numero 11;

- le conclusioni dell'atto;

- le dichiarazioni concernenti il contributo unificato e le altre dichiarazioni richieste dalla legge;

- la data e luogo e le sottoscrizioni delle parti e dei difensori;

- l'indice degli allegati;

- le procure a rappresentare le parti in giudizio;

- le relazioni di notifica e le relative richieste e dichiarazioni.

8. Con il decreto di cui al numero 11 sono autorizzati limiti dimensionali non superiori, nel massimo a 50 pagine per gli atti indicati al numero 2 ed a 15 pagine per gli atti indicati ai numeri 3, 4 e 5, qualora la controversia presenti questioni tecniche, giuridiche o di fatto particolarmente complesse ovvero attenga ad interessi sostanziali perseguiti di particolare rilievo anche economico; a tal fine vengono valutati, esemplificativamente, il valore della causa, comunque non inferiore a 50.000.000 euro, determinato secondo i criteri relativi al contributo unificato; il numero e l'ampiezza degli atti e provvedimenti effettivamente impugnati, la dimensione della sentenza impugnata, l'esigenza di riproposizione di motivi dichiarati assorbiti ovvero di domande od eccezioni non esaminate, la necessità di dedurre distintamente motivi rescindenti e motivi rescissori, l'avvenuto riconoscimento della presenza dei presupposti di cui ai numeri 8 o 9 nel precedente grado del giudizio, la rilevanza della controversia in relazione allo stato economico dell'impresa; l'attinenza della causa a taluna delle opere di cui all'art. 125 del codice del processo amministrativo.

9. Con il decreto di cui al numero 11 può essere consentito un numero di pagine superiore a quelli indicati al numero 8, qualora i presupposti di cui al medesimo numero 8 siano di straordinario rilievo, tale da non permettere una adeguata tutela nel rispetto dei limiti dimensionali da esso previsti.

10. Nei casi di cui ai numeri 8 e 9, è sempre redatto il riassunto preliminare dei motivi proposti.

11. La valutazione in ordine alla sussistenza dei presupposti di cui ai numeri 8 e 9 è effettuata dal Presidente della Sezione competente o dal magistrato da lui delegato. A tal fine il ricorrente formula in calce al ricorso istanza motivata, sulla quale il Presidente o il magistrato delegato si pronuncia con decreto entro i tre giorni successivi. In caso di mancanza o di tardività della pronuncia l'istanza si intende accolta. Il decreto favorevole ovvero l'attestazione di segreteria o l'autodichiarazione del difensore circa l'avvenuto decorso del termine in assenza dell'adozione del decreto sono notificati alle controparti unitamente al ricorso. I successivi atti difensivi di tutte le parti seguono il medesimo regime dimensionale

12. Ai fini delle disposizioni precedenti, gli atti debbono essere redatti su foglio A4, mediante caratteri di tipo corrente (ad es. Times New Roman, Courier, Arial o simili) e di dimensioni di almeno 12 pt nel testo e 10 pt nelle note a piè di pagina, con un'interlinea di 1,5 e margini orizzontali e verticali di almeno cm. 2,5 (in alto, in basso, a sinistra e a destra della pagina).

13. In caso di utilizzo di caratteri, spaziature e formati diversi da quelli indicati al numero 12, ne deve essere possibile la conversione in conformità alle specifiche tecniche sopra indicate.

14. Il presente decreto si applica alle controversie il cui termine di proposizione del ricorso di primo grado o di impugnazione inizi a decorrere trascorsi trenta giorni dalla pubblicazione del decreto medesimo sulla *Gazzetta Ufficiale*.

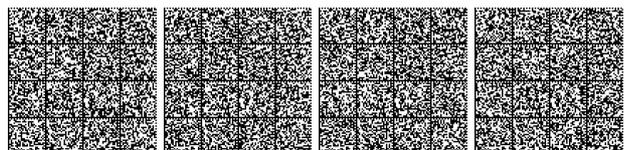
15. Nella prima attuazione del presente decreto, relativamente ai giudizi il cui ricorso di primo grado sia stato proposto antecedentemente alla data di entrata in vigore di cui al numero 14, in sede di impugnazione il Presidente o il magistrato delegato si pronuncia ai sensi del numero 11 valutando anche le dimensioni del ricorso e degli atti difensivi del giudizio di primo grado.

16. Le disposizioni del presente decreto sono applicate in via sperimentale, ai sensi dell'art. 40, comma 2-*bis*, del decreto legge 24 giugno 2014, n. 90, convertito nella legge 11 agosto 2014, n. 114. È fatta riserva di loro modifica o integrazione ad esito del monitoraggio del Consiglio di presidenza della giustizia amministrativa previsto dalla medesima norma.

Il presente decreto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

Roma, 25 maggio 2015

Il Presidente: GIOVANNINI

15A04272

ESTRATTI, SUNTI E COMUNICATI

AGENZIA ITALIANA DEL FARMACO

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Novastan».

Estratto determina V&A n. 880/2015 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione: C.I.z)

relativamente al medicinale: NOVASTAN

Numero di procedura: SE/H/0483/001/II/029

Modifica del Riassunto delle Caratteristiche del Prodotto al paragrafo 4.8 e corrispondente paragrafo del Foglio Illustrativo allo scopo di aggiungere l'informazione sulla segnalazione delle reazioni avverse come previsto dal QRD template; aggiunta di modifiche editoriali.

Nella forma e confezioni sottoelencate:

037482015 - "100 mg/ml concentrato per soluzione per infusione" 1 flaconcino in vetro da 2,5 ml

037482027 - "100 mg/ml concentrato per soluzione per infusione" 6 flaconcini in vetro da 2,5 ml

Gli stampati corretti ed approvati sono allegati alla presente determinazione.

Titolare AIC: MITSUBISHI PHARMA EUROPE LTD (SIS 2971)

Stampati

1. Il Titolare dell'Autorizzazione all'immissione in commercio deve apportare le modifiche autorizzate, dalla data di entrata in vigore della presente Determinazione al Riassunto delle Caratteristiche del Prodotto; entro e non oltre i sei mesi dalla medesima data al Foglio Illustrativo e all' Etichettatura.

2. In ottemperanza all'art. 80, commi 1 e 3, del decreto legislativo 24 aprile 2006, n. 219 e s.m.i., il foglio illustrativo e le etichette devono essere redatti in lingua italiana e, limitatamente ai medicinali in commercio nella provincia di Bolzano, anche in lingua tedesca. Il Titolare dell'AIC che intende avvalersi dell'uso complementare di lingue estere, deve darne preventiva comunicazione all'AIFA e tenere a disposizione la traduzione giurata dei testi in lingua tedesca e/o in altra lingua estera. In caso di inosservanza delle disposizioni sull'etichettatura e sul foglio illustrativo si applicano le sanzioni di cui all'art. 82 del suddetto decreto legislativo.

Tutela brevettuale

Il titolare dell'AIC del farmaco generico è esclusivo responsabile del pieno rispetto dei diritti di proprietà industriale relativi al medicinale di riferimento e delle vigenti disposizioni normative in materia brevettuale.

Il titolare dell'AIC del farmaco generico è altresì responsabile del pieno rispetto di quanto disposto dall'art. 14, comma 2, del decreto legislativo 24 aprile 2006, n. 219 e s.m.i., in virtù del quale non sono incluse negli stampati quelle parti del riassunto delle caratteristiche del prodotto del medicinale di riferimento che si riferiscono a indicazioni o a dosaggi ancora coperti da brevetto al momento dell'immissione in commercio del medicinale generico.

Smaltimento scorte

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente Determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta. I farmacisti sono tenuti a consegnare il Foglio Illustrativo aggiornato agli utenti, a decorrere dal termine di 30 giorni dalla data di pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione. Il Titolare AIC rende accessibile al farmacista il foglio illustrativo aggiornato entro il medesimo termine.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04082

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Montelukast Gedeon Richter».

Estratto determina V&A n. 881/2015 del 13 maggio 2015

Procedura EU n.: HU/H/0186/003/II/008/G

Variazione di tipo II:

B.III.2.b)

B.II.d.1.d)

B.II.d.1.e)

Sono autorizzate la seguenti variazioni:

I requisiti per l'uniformità di massa della compressa nelle specifiche al rilascio e al termine del periodo di validità del prodotto finito sono state aggiornate secondo la versione in vigore della Ph. Eur, monografia 2.9.5.;

Il limite per l'impurezza C (sulfossido) è stato modificato nelle specifiche alla shelf-life da 0.5% a 1.0% ed il limite per la somma delle impurezze è stato ampliato al termine del periodo di validità da 1.7% a 2.0%.

Sono autorizzate le ulteriori modifiche aggiuntive:

modifica dei simboli dei metodi dovuto al nuovo sistema di marcatura in Gedeon Richter Polska Sp. z.o.o.;

modifica del nome delle impurezze secondo la corrente monografia della Ph. Eur. Su montelukast sodium.

Relativamente al medicinale: MONTELUKAST GEDEON RICHTER ed alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di Mutuo Riconoscimento.

Titolare AIC: GEDEON RICHTER PLC

Smaltimento scorte

I lotti già prodotti possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta ai sensi dell'art. 1 comma 5 della Determina AIFA n. 371 del 14 aprile 2014 pubblicata in *Gazzetta Ufficiale* n. 101 del 3 maggio 2014.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04083

Rinnovo dell'autorizzazione all'immissione in commercio, secondo procedura di mutuo riconoscimento, del medicinale per uso umano «Azitromicina Mylan Generics Italia», con conseguente modifica stampati.

Estratto determina FV n. 128/2015 del 5 maggio 2015

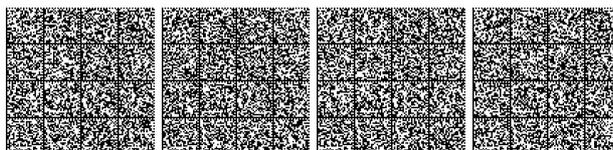
Medicinale: AZITROMICINA MYLAN GENERICS ITALIA.

Confezioni:

A.I.C. n. 037972 015 «200 mg/5 ml polvere per sospensione orale» 1 flacone HDPE da 600 mg;

A.I.C. n. 037972 027 «200 mg/5 polvere per sospensione orale» 1 flacone HDPE da 800 mg;

A.I.C. n. 037972 039 «200 mg/5 polvere per sospensione orale» 1 flacone HDPE da 900 mg;

A.I.C. n. 037972 041 «200 mg/5 polvere per sospensione orale» 1 flacone HDPE da 1200 mg;

A.I.C. n. 037972 054 «200 mg/5 polvere per sospensione orale» 1 flacone HDPE da 1500 mg.

Titolare A.I.C.: Mylan S.p.a.

Procedura mutuo riconoscimento NL/H/0958/001/R/001,

con scadenza il 19 ottobre 2011 è rinnovata, con validità illimitata, l'autorizzazione all'immissione in commercio previa modifica del riassunto delle caratteristiche del prodotto, del foglio illustrativo e dell'etichettatura ed a condizione che, alla data di entrata in vigore della presente determinazione, i requisiti di qualità, sicurezza ed efficacia siano ancora presenti.

È approvata altresì la variazione NL/H/0958/001/IB/017 - C1B/2015/566, relativa all'aggiornamento del riassunto delle caratteristiche del prodotto, del foglio illustrativo e dell'etichettatura.

Le modifiche devono essere apportate immediatamente per il riassunto delle caratteristiche del prodotto mentre per il foglio illustrativo ed etichettatura entro e non oltre sei mesi dalla pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione.

In ottemperanza all'art. 80, commi 1 e 3, del decreto legislativo 24 aprile 2006, n. 219, e successive modificazioni ed integrazioni il foglio illustrativo e le etichette devono essere redatti in lingua italiana e, limitatamente ai medicinali in commercio nella provincia di Bolzano, anche in lingua tedesca. Il titolare dell'A.I.C. che intende avvalersi dell'uso complementare di lingue estere, deve darne preventiva comunicazione all'AIFA e tenere a disposizione la traduzione giurata dei testi in lingua tedesca e/o in altra lingua estera. In caso di inosservanza delle disposizioni sull'etichettatura e sul foglio illustrativo si applicano le sanzioni di cui all'art. 82 del suddetto decreto.

Sia i lotti già prodotti alla data di pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 2, della suddetta determinazione, che non riportino le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta. I farmacisti sono tenuti a consegnare il foglio illustrativo aggiornato agli utenti a decorrere dal termine di trenta giorni dalla data di pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione. Il titolare A.I.C. rende accessibile al farmacista il foglio illustrativo aggiornato entro il medesimo termine.

La presente determinazione ha effetto dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana e sarà notificata alla società titolare dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale.

15A04094

Rinnovo dell'autorizzazione all'immissione in commercio, secondo procedura di mutuo riconoscimento, del medicinale per uso umano «Nebistalin», con conseguente modifica stampati.

Estratto determina FV n. 129/2015 del 5 maggio 2015

Medicinale: NEBISTALIN.

Confezioni:

A.I.C. n. 039400 015 «5 mg compresse» 28 compresse in blister PVC/PE/PVDC/AL;

A.I.C. n. 039400 027 «5 mg compresse» 30 compresse in blister PVC/PE/PVDC/AL.

Titolare A.I.C.: F.I.R.M.A. S.p.a.

Procedura mutuo riconoscimento DK/H/1446/001/R/001,

con scadenza il 15 dicembre 2013 è rinnovata, con validità illimitata, l'autorizzazione all'immissione in commercio previa modifica del riassunto delle caratteristiche del prodotto, del foglio illustrativo e dell'etichettatura ed a condizione che, alla data di entrata in vigore della presente determinazione, i requisiti di qualità, sicurezza ed efficacia siano ancora presenti.

Le modifiche devono essere apportate immediatamente per il riassunto delle caratteristiche del prodotto mentre per il foglio illustrativo ed etichettatura entro e non oltre sei mesi dalla pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione.

In ottemperanza all'art. 80, commi 1 e 3, del decreto legislativo 24 aprile 2006, n. 219, e successive modificazioni ed integrazioni il foglio illustrativo e le etichette devono essere redatti in lingua italiana e, limitatamente ai medicinali in commercio nella provincia di Bolzano, anche in lingua tedesca. Il titolare dell'A.I.C. che intende avvalersi dell'uso complementare di lingue estere, deve darne preventiva comunicazione all'AIFA e tenere a disposizione la traduzione giurata dei testi in lingua tedesca e/o in altra lingua estera. In caso di inosservanza delle disposizioni sull'etichettatura e sul foglio illustrativo si applicano le sanzioni di cui all'art. 82 del suddetto decreto.

Sia i lotti già prodotti alla data di pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 2, della suddetta determinazione, che non riportino le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

La presente determinazione ha effetto dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana e sarà notificata alla società titolare dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale.

15A04095

Rinnovo dell'autorizzazione all'immissione in commercio, secondo procedura decentrata, del medicinale per uso umano «Mirtazapina Aurobindo», con conseguente modifica stampati.

Estratto determina FV n. 130/2015 del 5 maggio 2015

Medicinale: MIRTAZAPINA AUROBINDO.

Confezione: A.I.C. n. 039836010 «30 mg compresse orodispersibili» 30 compresse in blister PA/AL/PVC/carta/poliestere/AL.

Titolare A.I.C.: Aurobindo Pharma (Italia) S.r.l.

Procedura decentrata NL/H/1975/002/R/001,

con scadenza il 1° aprile 2014 è rinnovata, con validità illimitata, l'autorizzazione all'immissione in commercio previa modifica del riassunto delle caratteristiche del prodotto, del foglio illustrativo e dell'etichettatura ed a condizione che, alla data di entrata in vigore della presente determinazione, i requisiti di qualità, sicurezza ed efficacia siano ancora presenti.

Le modifiche devono essere apportate immediatamente per il riassunto delle caratteristiche del prodotto mentre per il foglio illustrativo ed etichettatura entro e non oltre sei mesi dalla pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione.

In ottemperanza all'art. 80, commi 1 e 3, del decreto legislativo 24 aprile 2006, n. 219, e successive modificazioni ed integrazioni il foglio illustrativo e le etichette devono essere redatti in lingua italiana e, limitatamente ai medicinali in commercio nella provincia di Bolzano, anche in lingua tedesca. Il titolare dell'A.I.C. che intende avvalersi dell'uso complementare di lingue estere, deve darne preventiva comunicazione all'AIFA e tenere a disposizione la traduzione giurata dei testi in lingua tedesca e/o in altra lingua estera. In caso di inosservanza delle disposizioni sull'etichettatura e sul foglio illustrativo si applicano le sanzioni di cui all'art. 82 del suddetto decreto.

Sia i lotti già prodotti alla data di pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 2, della suddetta determinazione, che non riportino le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta. I farmacisti sono tenuti a consegnare il foglio illustrativo aggiornato agli utenti a decorrere dal termine di trenta giorni dalla data di pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana della presente determinazione. Il titolare A.I.C. rende accessibile al farmacista il foglio illustrativo aggiornato entro il medesimo termine.

La presente determinazione ha effetto dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana e sarà notificata alla società titolare dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale.

15A04096

Revoca dell'autorizzazione alla produzione di medicinali per uso umano alla società Teknofarma S.p.A.

Con il provvedimento n. aM - 66/2015 del 14 maggio 2015 è stata revocata, su richiesta, l'autorizzazione alla produzione di medicinali dell'officina farmaceutica sita in Torino, str. com. da Bertolla all'Abbadia di Stura n. 14, rilasciata alla società Teknofarma S.p.a.

15A04097

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Anastrozolo Sun».

Estratto determina V&A n. 889/2015 del 13 maggio 2015

Procedura EU n. NL/H/1795/001/II/007.

Variazione di tipo II: B.I.z) È autorizzata la seguente variazione: aggiornamento dell'Active Substance Master File (ASMF) relativo al principio attivo anastrozolo prodotto da Sun Pharmaceutical Industries Ltd.

L'ASMF viene aggiornato dalla versione del febbraio 2010 alla versione 0000 del novembre 2013.

Relativamente al medicinale: ANASTROZOLO SUN, ed alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di mutuo riconoscimento.

Titolare A.I.C.: Sun Pharmaceutical Industries (Europe) B.V. (codice SIS 3230).

Smaltimento scorte

I lotti già prodotti possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta ai sensi dell'art. 1, comma 5 della determina AIFA n. 371 del 14 aprile 2014 pubblicata nella *Gazzetta Ufficiale* n. 101 del 3 maggio 2014.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04098

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Nebivololo Sandoz».

Estratto determina V&A n. 888/2015 del 13 maggio 2015

Procedura EU n. DE/H/0859/001/II/009.

Variazione di tipo II: B.I. z. È autorizzata la seguente variazione: aggiornamento del DMF del principio attivo nebivololo cloridrato del fabbricante Hetero Drugs Limited, India: da «DMF version 09/2012», a «DMF version 01/2013 (AP-00, luglio 2013)», relativamente al medicinale NEBIVOLOLO SANDOZ, ed alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di mutuo riconoscimento.

Titolare A.I.C.: Sandoz S.p.a. (codice fiscale n. 00795170158).

Smaltimento scorte

I lotti già prodotti possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta ai sensi dell'art. 1, comma 5 della determina AIFA n. 371 del 14 aprile 2014 pubblicata nella *Gazzetta Ufficiale* n. 101 del 3 maggio 2014.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04099

Revoca dell'autorizzazione alla produzione di gas medicinali per uso umano, rilasciata alla società Rivoira Gas S.r.l.

Con il provvedimento n. aG - 22/2015 del 18 maggio 2015 è stata revocata, su richiesta, l'autorizzazione alla produzione di gas medicinali dell'officina farmaceutica sita in Chivasso (TO) strada Torino, 136, rilasciata alla società Rivoira Gas S.r.l.

15A04100

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Ibuprofene Ratiopharm Italia».

Estratto determina V&A/714 del 14 aprile 2015

È autorizzato il trasferimento di titolarità dell'autorizzazione all'immissione in commercio del seguente medicinale fino ad ora registrato a nome della società Ratiopharm Italia s.r.l. - Codice fiscale 12582960154;

Specialità medicinale: IBUPROFENE RATIOPHARM ITALIA;

Confezione A.I.C. n.:

039339015 - «400 mg compresse rivestite con film» 6 compresse in blister pvc/al;

039339027 - «400 mg compresse rivestite con film» 10 compresse in blister pvc/al;

039339039 - «400 mg compresse rivestite con film» 12 compresse in blister pvc/al;

039339041 - «400 mg compresse rivestite con film» 20 compresse in blister pvc/al;

039339054 - «400 mg compresse rivestite con film» 30 compresse in blister pvc/al;

039339066 - «400 mg compresse rivestite con film» 50 compresse in blister pvc/al;

039339078 - «400 mg compresse rivestite con film» 100 compresse in blister pvc/al;

039339080 - «400 mg compresse rivestite con film» 250 compresse in blister pvc/al;

039339092 - «400 mg compresse rivestite con film» 60 compresse in blister pvc/al;

è ora trasferita alla società:

nuovo titolare A.I.C.: Farmapro s.r.l. - Codice fiscale 07829190961.

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

La presente determinazione ha effetto dal giorno della pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04101

Rettifica dell'estratto della determina V&A n. 2469/2014 del 20 novembre 2014 concernente l'autorizzazione del trasferimento di titolarità dell'AIC relativamente al medicinale per uso umano «Irbesartan Dr. Reddy's».

Estratto determina V&A n. 824/2015 del 29 aprile 2015

È rettificata, nei termini che seguono, la determinazione V&A n. 2469 del 20 novembre 2014, concernente l'autorizzazione del trasferimento di titolarità dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale «Irbesartan Dr. Reddy's» ora «Irbesartan Esseti» a favore di «Esseti Farmaceutici S.r.l.», il cui estratto è stato pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* - Serie generale n. 290 - del 15 dicembre 2014;

laddove nell'art. 1 è riportato:

Confezione A.I.C. n.:

041027018 - «75 mg compresse rivestite con film» 28 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027020 - «75 mg compresse rivestite con film» 30 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027032 - «75 mg compresse rivestite con film» 50 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027044 - «75 mg compresse rivestite con film» 56 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027057 - «75 mg compresse rivestite con film» 60 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027069 - «75 mg compresse rivestite con film» 98 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027071 - «75 mg compresse rivestite con film» 100 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027158 - «150 mg compresse rivestite con film» 28 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027160 - «150 mg compresse rivestite con film» 30 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027172 - «150 mg compresse rivestite con film» 50 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027184 - «150 mg compresse rivestite con film» 56 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027196 - «150 mg compresse rivestite con film» 60 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027208 - «150 mg compresse rivestite con film» 98 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027210 - «150 mg compresse rivestite con film» 100 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027297 - «300 mg compresse rivestite con film» 28 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027309 - «300 mg compresse rivestite con film» 30 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027311 - «300 mg compresse rivestite con film» 50 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027323 - «300 mg compresse rivestite con film» 56 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027335 - «300 mg compresse rivestite con film» 60 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027347 - «300 mg compresse rivestite con film» 98 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027350 - «300 mg compresse rivestite con film» 100 compresse in blister pvc-aclar/al;

leggasi:

Confezione A.I.C. n.:

041027018 - «75 mg compresse rivestite con film» 28 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027020 - «75 mg compresse rivestite con film» 30 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027032 - «75 mg compresse rivestite con film» 50 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027044 - «75 mg compresse rivestite con film» 56 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027057 - «75 mg compresse rivestite con film» 60 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027069 - «75 mg compresse rivestite con film» 98 compresse in blister pvc-aclar/al;

041027071 - «75 mg compresse rivestite con film» 100 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027158 - «150 mg compresse rivestite con film» 28 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027160 - «150 mg compresse rivestite con film» 30 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027172 - «150 mg compresse rivestite con film» 50 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027184 - «150 mg compresse rivestite con film» 56 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027196 - «150 mg compresse rivestite con film» 60 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027208 - «150 mg compresse rivestite con film» 98 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027210 - «150 mg compresse rivestite con film» 100 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027297 - «300 mg compresse rivestite con film» 28 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027309 - «300 mg compresse rivestite con film» 30 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027311 - «300 mg compresse rivestite con film» 50 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027323 - «300 mg compresse rivestite con film» 56 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027335 - «300 mg compresse rivestite con film» 60 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027347 - «300 mg compresse rivestite con film» 98 compresse in blister pvc-pvdc/al;

041027350 - «300 mg compresse rivestite con film» 100 compresse in blister pvc-pvdc/al.

Titolare A.I.C.: Esseti Farmaceutici S.r.l.

Codice fiscale: 01172090639.

Disposizioni finali

Il presente estratto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana, mentre la relativa determinazione sarà notificata alla società titolare dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale.

15A04102

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Brimoftal».

Estratto determina V&A/900 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione: B.II.f.1

Relativamente al medicinale: BRIMOFTAL

Numero procedura europea: DK/H/1384/001/II/013.

Titolare AIC: Bruschettini S.r.l.

È autorizzata la seguente variazione: Riduzione della durata di conservazione del prodotto finito: da: 4 anni a: 3 anni relativamente alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di Mutuo Riconoscimento.

Le confezioni del medicinale devono essere poste in commercio con gli stampati, così come precedentemente autorizzati da questa amministrazione, con le sole modifiche necessarie per l'adeguamento alla presente determinazione.

Smaltimento scorte

I lotti prodotti da oltre 3 anni devono essere ritirati immediatamente dal commercio. I lotti ancora validi possono rimanere in commercio per ulteriori 120 giorni (a decorrere dal giorno successivo a quello della pubblicazione della presente determinazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana).

Il titolare dell'AIC ha l'obbligo di ritirare nell'arco di tale periodo i lotti che progressivamente arriveranno al termine del periodo di validità.

Trascorso il suddetto termine le confezioni che non rechino le modifiche indicate dalla presente determinazione/comunicazione di notifica regolare non potranno più essere dispensate al pubblico e, conseguentemente, andranno ritirate dal commercio".

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04168

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Grafalon».

Estratto determina V&A/902 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione: B.I.a.1.e)

Relativamente al medicinale: GRAFALON.

Numero procedura europea: AT/H/0478/001/II/009.

Titolare AIC: NEOVII BIOTECH GMBH.

È autorizzata la seguente variazione: Introduzione di ospedali aggiuntivi per la fornitura di placente umane.

Relativamente alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di Mutuo Riconoscimento.

Smaltimento scorte

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente Determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'articolo 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04169

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Exemestane Sandoz».

Estratto determina V&A/905 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione: B.I. *z)*.

Relativamente al medicinale: EXEMESTANE SANDOZ

Numero procedura europea: DK/H/1732/001/II/013.

Titolare AIC: Sandoz S.P.A.

È autorizzata la seguente variazione: Aggiornamento del Active Substance Master File Exemestane Sterling S.r.l. alla versione 021010 rev. 03.

L'aggiornamento viene presentato in seguito al commitment procedura DK/H/1732/001/E/001 (aggiornamento delle sezioni 3.2.S.4.2, 3.2.S.6 e 3.2.S.7).

Relativamente alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di Mutuo Riconoscimento.

Smaltimento scorte

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente Determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'articolo 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04170

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Fluconazolo Zentiva».

Estratto determina V&A/908 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione: B.I.a.1.b).

Relativamente al medicinale: FLUCONAZOLO ZENTIVA.

Numero procedura europea: IT/H/0365/001-004/II/032

Titolare AIC: Zentiva Italia S.r.l.

È autorizzata la seguente variazione: Introduzione di un produttore del principio attivo Quimica Sintetica, S.A., C/Dulcinea s/n, 28805 Alcalà de Henares, Madrid, Spain supported by an ASMF - QS1 Ed2 version January 2014.

Relativamente alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di Mutuo Riconoscimento.

Smaltimento scorte

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente Determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'articolo 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04171

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Pravastatina Doc Generici».

Estratto determina V&A/910 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione: B.II.d.1.e.

Relativamente al medicinale: PRAVASTATINA DOC GENERICI.

Numero procedura europea: NL/H/2520/001-003/II/059.

Titolare A.I.C.: Doc Generici S.r.l.

È autorizzata la seguente variazione: Allargamento dei limiti per la specifica del prodotto finito «impurezza PA RC17», al di fuori dei limiti di specifica approvati (da NMT 0.5% a NMT 1%) alla fine del periodo di validità, relativamente alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di mutuo riconoscimento.

Smaltimento scorte

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04172

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Amlodipina Doc Generici».

Estratto determina V&A/912 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione: B.I.z).

Relativamente al medicinale: AMLODIPINA DOC GENERICI.

Numero procedura europea: NL/H/0946/001-002/II/026.

Titolare A.I.C.: Doc Generici S.r.l.

È autorizzata la seguente variazione: Aggiornamento dell'Active Substance Master File per il principio attivo fornito dal produttore «Srini Pharmaceuticals Ltd» relativamente alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di mutuo riconoscimento.

Smaltimento scorte

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04173

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Efestad».

Estratto determina V&A/914 del 13 maggio 2015

Autorizzazione della variazione:

B.I.b.2.e;

B.I.a *z)*,

relativamente al medicinale: EFESTAD;

Numero procedura europea: DK/H/2051/001/II/002/G;

Titolare A.I.C.: Crinos S.p.a.,

è autorizzata la seguente variazione: Aggiornamento dell'Active Substance Master File del produttore Cipla Limited per il principio attivo desloratadina (versione 0005 + emendamenti, del 30 luglio 2014). Modifiche alle procedure di prova del principio attivo, relativamente alle confezioni autorizzate all'immissione in commercio in Italia a seguito di procedura di mutuo riconoscimento.

Smaltimento scorte

Sia i lotti già prodotti alla data di entrata in vigore della presente determinazione che i lotti prodotti nel periodo di cui all'art. 2, comma 1, della presente, non recanti le modifiche autorizzate, possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04174

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso umano «Alfaferone».

Estratto determina V&A n. 895/2015 del 13 maggio 2015

È autorizzata la seguente variazione: B.V.a.1.z Inclusione di un Master File del plasma nuovo, aggiornato o modificato, nel fascicolo di autorizzazione all'immissione in commercio di un medicinale - inclusione di un Master File del plasma aggiornato/modificato avente un impatto sulle proprietà del prodotto finito, al medicinale ALFAFERONE, nelle forme e confezioni:

AIC n. 026518011 - "1.000.000 u.i./ml soluzione iniettabile" 1 fiala 1 ml;

AIC n. 026518050 - "6.000.000 u.i./ml soluzione iniettabile" 1 fiala 1 ml;

AIC n. 026518062 - "3.000.000 u.i /ml soluzione iniettabile" 1 fiala 1 ml.

Aggiornamento annuale del Plasma Master File:

da:

Versione AIFA/H/PMF/ALFAW/003/AA/004

a:

Versione AIFA/H/PMF/ALFAW/003/AA/005

da:

Versione AIFA/H/PMF/ALFAW/003/AA/004

a:

Versione AIFA/H/PMF/ALFAW/003/AA/006

Titolare AIC: ALFA WASSERMANN S.P.A. (codice fiscale 00556960375) con sede legale e domicilio fiscale in Via Enrico Fermi, 1, 65020 - Alanno - Pescara (PE) Italia

Smaltimento scorte

I lotti già prodotti possono essere mantenuti in commercio fino alla data di scadenza del medicinale indicata in etichetta ai sensi dell'art. 1 comma 5 della Determina AIFA n. 371 del 14 aprile 2014 pubblicata in *Gazzetta Ufficiale* n. 101 del 3 maggio 2014.

Decorrenza di efficacia della determinazione: dal giorno successivo a quello della sua pubblicazione, per estratto, nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04175

AUTORITÀ DI BACINO DEI FIUMI ISONZO, TAGLIAMENTO, LIVENZA, PIAVE, BRENTA-BACCHIGLIONE

Aggiornamento delle perimetrazioni e della classificazione, in termini di pericolosità idraulica, di alcune aree del territorio del comune di Udine.

Si rende noto che, ai sensi dell'art. 6, comma 4 delle norme di attuazione del «Piano stralcio per l'assetto idrogeologico del bacino del fiume Isonzo», con decreto segretariale n. 24 dell'11 maggio 2015, è stato approvato l'aggiornamento delle perimetrazioni e della classificazione, in termini di pericolosità idraulica, di alcune aree del territorio del comune di Udine rappresentate nelle tavv nn. 7 e 12 del PAI Isonzo.

Sarà cura della regione autonoma Friuli-Venezia Giulia assicurare la massima pubblicità sul proprio territorio.

L'aggiornamento avrà efficacia dalla data di pubblicazione del presente comunicato nella *Gazzetta Ufficiale*.

Il decreto segretariale è consultabile sul sito www.adbve.it

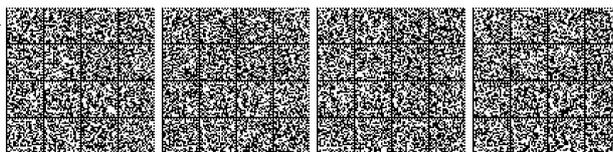
15A04317

MINISTERO DELL'AMBIENTE E DELLA TUTELA DEL TERRITORIO E DEL MARE

Assoggettamento alla procedura di valutazione di impatto ambientale per il progetto di realizzazione di un pozzo geotermico esplorativo a mare, denominato «Marsili 1», nell'ambito del permesso di ricerca per fluidi geotermici denominato «Tirreno Meridionale 1» localizzato nel Mar Tirreno meridionale.

Con provvedimento direttoriale n. DVADEC-2015-0000160 del 15 maggio 2015 è stato disposto l'assoggettamento alla procedura di valutazione di impatto ambientale per il progetto di realizzazione di un pozzo geotermico esplorativo a mare, denominato "Marsili 1", nell'ambito del permesso di ricerca per fluidi geotermici denominato "Tirreno Meridionale 1". Il progetto, localizzato nel Mar Tirreno meridionale, è stato presentato dalla società Eurobuilding S.p.a. con sede in via dell'Artigianato, 6 - 63839 Servigliano (FM).

Il testo integrale della citata determinazione direttoriale è disponibile sul sito del Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare: "http://www.va.minambiente.it/it-IT/Procedure/Provvedimenti4" detta determinazione direttoriale può essere impugnata dinanzi al TAR entro 60 giorni, o, con ricorso al Capo dello Stato, entro 120 giorni a decorrere dalla data della pubblicazione del presente estratto sulla *Gazzetta Ufficiale*.

15A04271

MINISTERO DELLA DIFESA

Concessione della croce d'oro al merito dell'Arma dei carabinieri.

Con il decreto ministeriale n. 764 datato 30 aprile 2015, al Generale di Corpo d'Armata Leonardo Gallitelli, nato il 9 giugno 1948 a Taranto, è stata concessa la croce d'oro al merito dell'Arma dei Carabinieri con la seguente motivazione: "Ufficiale Generale di preclare qualità umane e professionali, evidenziando non comune abnegazione, imparreggiabile capacità e lungimirante azione di comando, ha sempre costituito limpido esempio e sprone per il personale dipendente, assicurando soluzioni organizzative brillanti e di rara efficacia. Nel corso di oltre quarantasette anni di prestigiosa carriera militare, ha ricoperto incarichi di assoluto rilievo, tra i quali spiccano quello di Comandante della Scuola Ufficiali Carabinieri e della Regione Carabinieri Campania, nonché quello di Capo del II Reparto e Capo di Stato Maggiore del Comando Generale, concludendo il luminoso percorso di affermazione professionale con il prestigiosissimo incarico di Comandante Generale. Ha voluto e perseguito, con acuta perspicacia, i programmi di ammodernamento e razionalizzazione dell'Istituzione, imprimendo grande impulso, tra l'altro, alla costituzione del Centro Nazionale Amministrativo e dell'Istituto Superiore Tecniche Investigative. Con la sua guida ferma, intelligente e determinata e con la sua infaticabile e preziosa opera di comando e di pensiero, ha consentito all'Arma dei Carabinieri di conseguire straordinari risultati nell'assolvimento delle missioni istituzionali in Italia e all'Estero, esaltandone spiccatamente il lustro e il prestigio nell'ambito delle Forze Armate, delle Forze di Polizia e della Nazione". Territorio nazionale, 22 ottobre 1967 - 15 gennaio 2015.

15A04265

MINISTERO DELLA SALUTE

Modifica dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso veterinario «Neoprinil Pour-On»

Estratto del provvedimento n. 308 dell'8 maggio 2015

Medicinale veterinario: NEOPRINIL POUR ON 5 mg/ml pour-on soluzione per bovini da carne e da latte.

Confezioni:

sacca flessibile da 2,5 l (A.I.C. n. 104593049);

sacca flessibile da 4,5 l (A.I.C. n. 104593052);

sacca flessibile da 8 l (A.I.C. n. 104593064).

Titolare A.I.C.: Virbac - 1ére avenue, 2065 m - L.I.D. 06516 Carros (France).

Oggetto del provvedimento: numero procedura Europea: FR/V/0255/001/IB/003.

Si autorizza l'estensione del periodo di validità dopo prima apertura delle sacche flessibili a 24 mesi.

La variazione sopra indicata comporta la modifica del punto 6.3 del SPC e delle relative sezioni delle etichette e del foglio illustrativo, come di seguito indicato.

6.3 Periodo di validità

Periodo di validità del medicinale veterinario confezionato per la vendita: 2 anni.

Periodo di validità dopo prima apertura del confezionamento primario:

12 mesi per la bottiglia e i flaconi in HDPE;

24 mesi per le sacche flessibili.

I lotti già prodotti possono essere commercializzati fino alla scadenza.

Il presente estratto sarà pubblicato nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana, mentre il relativo provvedimento verrà notificato all'impresa interessata.

15A04318

Autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso veterinario «Nimatek 100 mg/ml», soluzione iniettabile per cani, gatti e cavalli.

Decreto n. 72 dell'8 maggio 2015

Medicinale per uso veterinario: NIMATEK 100 mg/ml, soluzione iniettabile per cani, gatti e cavalli.

Procedura decentrata n. UK/V/0513/001/DC.

Titolare A.I.C.: Eurovet Animal Health B.V., Handelsweg 25, 5531 AE Bladel (Olanda).

Produttore responsabile rilascio lotti: Eurovet Animal Health B.V., Handelsweg 25, 5531 AE Bladel (Olanda).

Confezioni autorizzate e numeri di A.I.C.:

scatola contenente un flacone da 5 ml - A.I.C n. 104661018;

scatola contenente un flacone da 10 ml - A.I.C n. 104661020;

scatola contenente un flacone da 20 ml - A.I.C n. 104661032;

scatola contenente un flacone da 25 ml - A.I.C n. 104661044;

scatola contenente un flacone da 30 ml - A.I.C n. 104661057;

scatola contenente un flacone da 50 ml - A.I.C n. 104661069.

Composizione: 1 ml di soluzione contiene:

principio attivo: Ketamina 100 mg (corrispondenti a 115,4 mg di ketamina colidrato);

eccipienti: così come indicato nella documentazione di tecnica farmaceutica acquisita agli atti.

Specie di destinazione: cani, gatti e cavalli.

Indicazioni terapeutiche: il medicinale può essere utilizzato per indurre l'anestesia:

(a) in associazione a butorfanolo e medetomidina nel cane e nel gatto;

(b) in associazione a xilazina nel cane, nel gatto e nel cavallo;

(c) in associazione a detomidina nel cavallo;

(d) in associazione a romifidina nel cavallo.

In base alla valutazione del rapporto rischio/beneficio del veterinario, il prodotto può essere utilizzato anche come unico anestetico per il contenimento e per procedure chirurgiche minori, in cui il miorilassamento non è necessario nel gatto domestico.

Tempi di attesa: cavallo:

carne e visceri: 1 giorno;

latte: 1 giorno.

Validità

Periodo di validità del medicinale veterinario confezionato per la vendita: 3 anni.

Periodo di validità dopo prima apertura del confezionamento primario: 28 giorni.

Regime di dispensazione: solo per uso veterinario.

Efficacia del decreto: efficacia immediata.

15A04319

Revoca, su rinuncia, dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso veterinario «Fiprospot».

Con decreto n. 74 del 18 maggio 2015 è revocata, su rinuncia della ditta IDT BIOLOGIKA GmbH Am PHARMAPARK D-06861 DESSAU-Germania, l'autorizzazione all'immissione in commercio delle specialità medicinali per uso veterinario nelle preparazioni e confezioni di seguito elencate con i relativi numeri di A.I.C.:

FIPROSPOT	67 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI PICCOLA TAGLIA 12 PIPETTE	AIC 104243098
FIPROSPOT	67 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI PICCOLA TAGLIA 24 PIPETTE	AIC 104243100
FIPROSPOT	134 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA MEDIA 120 PIPETTE	AIC 104243187
FIPROSPOT	402 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GIGANTE 6 PIPETTE	AIC 104243264
FIPROSPOT	402 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GIGANTE 24 PIPETTE	AIC 104243288
FIPROSPOT	50 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER GATTI 120 PIPETTE	AIC 104243062
FIPROSPOT	268 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GRANDE 12 PIPETTE	AIC 104243213
FIPROSPOT	402 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GIGANTE 3 PIPETTE	AIC 104243252
FIPROSPOT	402 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GIGANTE 120 PIPETTE	AIC 104243302
FIPROSPOT	67 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI PICCOLA TAGLIA 120 PIPETTE	AIC 104243124
FIPROSPOT	134 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA MEDIA 3 PIPETTE	AIC 104243136
FIPROSPOT	50 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER GATTI 3 PIPETTE	AIC 104243011
FIPROSPOT	50 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER GATTI 12 PIPETTE	AIC 104243035
FIPROSPOT	50 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER GATTI 24 PIPETTE	AIC 104243047
FIPROSPOT	134 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA MEDIA 12 PIPETTE	AIC 104243151
FIPROSPOT	134 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA MEDIA 60 PIPETTE	AIC 104243175
FIPROSPOT	268 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GRANDE 3 PIPETTE	AIC 104243199
FIPROSPOT	50 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER GATTI 60 PIPETTE	AIC 104243050
FIPROSPOT	67 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI PICCOLA TAGLIA 3 PIPETTE	AIC 104243074
FIPROSPOT	402 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GIGANTE 60 PIPETTE	AIC 104243290
FIPROSPOT	268 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GRANDE 6 PIPETTE	AIC 104243201
FIPROSPOT	67 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI PICCOLA TAGLIA 60 PIPETTE	AIC 104243112
FIPROSPOT	134 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA MEDIA 6 PIPETTE	AIC 104243148
FIPROSPOT	134 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA MEDIA 24 PIPETTE	AIC 104243163
FIPROSPOT	268 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GRANDE 24 PIPETTE	AIC 104243225
FIPROSPOT	402 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GIGANTE 12 PIPETTE	AIC 104243276
FIPROSPOT	50 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER GATTI 6 PIPETTE	AIC 104243023
FIPROSPOT	67 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI PICCOLA TAGLIA 6 PIPETTE	AIC 104243086
FIPROSPOT	268 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GRANDE 60 PIPETTE	AIC 104243237
FIPROSPOT	268 MG SOLUZIONE SPOT-ON PER CANI TAGLIA GRANDE 120 PIPETTE	AIC 104243249

I lotti già prodotti e presenti nel circuito distributivo possono rimanere in commercio fino ad esaurimento scorte e data di scadenza posta sulla confezione.

Il presente decreto entra in vigore il giorno della sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04320

Revoca, su rinuncia, dell'autorizzazione all'immissione in commercio del medicinale per uso veterinario «Marfloquin».

Con decreto n. 75 del 18 maggio 2015 è revocata, su rinuncia della ditta KRKA DD NOVO MESTO SMARJESKA CESTA – 8501 Slovenia, l'autorizzazione all'immissione in commercio delle specialità medicinali per uso veterinario nelle preparazioni e confezioni di seguito elencate con i relativi numeri di A. I. C.:

MARFLOQUIN	12 COMPRESSE DA 80 MG	AIC 104496056
MARFLOQUIN	10 COMPRESSE DA 20 MG	AIC 104496031
MARFLOQUIN	10 COMPRESSE DA 5 MG	AIC 104496017
MARFLOQUIN	100 COMPRESSE DA 20 MG	AIC 104496043
MARFLOQUIN	100 COMPRESSE DA 5 MG	AIC 104496029
MARFLOQUIN	72 COMPRESSE DA 80 MG	AIC 104496068

I lotti già prodotti e presenti nel circuito distributivo possono rimanere in commercio fino ad esaurimento scorte e data di scadenza posta sulla confezione.

Il presente decreto entra in vigore il giorno della sua pubblicazione nella *Gazzetta Ufficiale* della Repubblica italiana.

15A04321

PRESIDENZA DEL CONSIGLIO DEI MINISTRI

DIPARTIMENTO DELLA GIOVENTÙ E DEL SERVIZIO CIVILE NAZIONALE

Approvazione del nuovo prontuario concernente la disciplina dei rapporti tra enti e volontari del servizio civile nazionale.

Con D.M. 22 aprile 2015 è stato approvato il nuovo «Prontuario concernente la disciplina dei rapporti tra enti e volontari del servizio civile nazionale».

Le disposizioni approvate con il presente decreto, pubblicate sul sito istituzionale del Dipartimento, sostituiscono integralmente quelle contenute nel decreto del Presidente del Consiglio dei ministri del 4 febbraio 2009 ed entrano in vigore a partire dai progetti di cui al bando ordinario 2015, pubblicato in data 16 marzo 2015.

15A04214

Approvazione del nuovo prontuario contenente le disposizioni per lo svolgimento delle funzioni di controllo e verifica sull'attuazione dei progetti di servizio civile nazionale. Doveri degli enti di servizio civile e infrazioni punibili con le sanzioni amministrative previste dall'articolo 3-*bis* della legge 6 marzo 2001, n. 64.

Con D.M. 6 maggio 2015 è stato approvato il nuovo «Prontuario concernente le disposizioni per lo svolgimento delle funzioni di controllo e verifica sull'attuazione dei progetti di servizio civile nazionale. Doveri degli enti di servizio civile e infrazioni punibili con le sanzioni amministrative previste dall'art. 3-*bis* della legge 6 marzo 2001, n. 64».

Le disposizioni approvate con il presente decreto, pubblicate sul sito istituzionale del Dipartimento, sostituiscono integralmente quelle contenute nel decreto del Presidente del Consiglio dei ministri del 6 febbraio 2009 ed entrano in vigore a partire dai progetti di cui al bando ordinario 2015, pubblicato in data 16 marzo 2015.

15A04215

LOREDANA COLECCHIA, *redattore* DELIA CHIARA, *vice redattore*

(WI-GU-2015-GU1-128) Roma, 2015 - Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato S.p.A.

MODALITÀ PER LA VENDITA

La «Gazzetta Ufficiale» e tutte le altre pubblicazioni dell'Istituto sono in vendita al pubblico:

— presso il punto vendita dell'Istituto in piazza G. Verdi, 1 - 00198 Roma ☎ 06-8549866

— presso le librerie concessionarie riportate nell'elenco consultabile sui siti www.ipzs.it e www.gazzettaufficiale.it.

L'Istituto conserva per la vendita le Gazzette degli ultimi 4 anni fino ad esaurimento. Le richieste per corrispondenza potranno essere inviate a:

Istituto Poligrafico e Zecca dello Stato S.p.A.
Vendita Gazzetta Ufficiale
Via Salaria, 1027
00138 Roma
fax: 06-8508-3466
e-mail: informazioni@gazzettaufficiale.it

avendo cura di specificare nell'ordine, oltre al fascicolo di GU richiesto, l'indirizzo di spedizione e di fatturazione (se diverso) ed indicando i dati fiscali (codice fiscale e partita IVA, se titolari) obbligatori secondo il DL 223/2007. L'importo della fornitura, maggiorato di un contributo per le spese di spedizione, sarà versato in contanti alla ricezione.

GAZZETTA UFFICIALE
DELLA REPUBBLICA ITALIANA

CANONI DI ABBONAMENTO (salvo conguaglio)
validi a partire dal 1° OTTOBRE 2013

GAZZETTA UFFICIALE - PARTE I (legislativa)

		CANONE DI ABBONAMENTO	
Tipo A	Abbonamento ai fascicoli della serie generale, inclusi tutti i supplementi ordinari:		
	*(di cui spese di spedizione € 257,04)**	- annuale	€ **438,00**
	*(di cui spese di spedizione € 128,52)**	- semestrale	€ **239,00**
Tipo B	Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata agli atti dei giudizi davanti alla Corte Costituzionale:		
	*(di cui spese di spedizione € 19,29)**	- annuale	€ **68,00**
	*(di cui spese di spedizione € 9,64)**	- semestrale	€ **43,00**
Tipo C	Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata agli atti della UE:		
	*(di cui spese di spedizione € 41,27)**	- annuale	€ **168,00**
	*(di cui spese di spedizione € 20,63)**	- semestrale	€ **91,00**
Tipo D	Abbonamento ai fascicoli della serie destinata alle leggi e regolamenti regionali:		
	*(di cui spese di spedizione € 15,31)**	- annuale	€ **65,00**
	*(di cui spese di spedizione € 7,65)**	- semestrale	€ **40,00**
Tipo E	Abbonamento ai fascicoli della serie speciale destinata ai concorsi indetti dallo Stato e dalle altre pubbliche amministrazioni:		
	*(di cui spese di spedizione € 50,02)**	- annuale	€ **167,00**
	*(di cui spese di spedizione € 25,01)**	- semestrale	€ **90,00**
Tipo F	Abbonamento ai fascicoli della serie generale, inclusi tutti i supplementi ordinari, e dai fascicoli delle quattro serie speciali:		
	*(di cui spese di spedizione € 383,93)**	- annuale	€ **819,00**
	*(di cui spese di spedizione € 191,46)**	- semestrale	€ **431,00**

N.B.: L'abbonamento alla GURI tipo A ed F comprende gli indici mensili

CONTO RIASSUNTIVO DEL TESORO

Abbonamento annuo (incluse spese di spedizione) € **56,00**

PREZZI DI VENDITA A FASCICOLI
(Oltre le spese di spedizione)

Prezzi di vendita:		
serie generale	€	1,00
serie speciali (escluso concorsi), ogni 16 pagine o frazione	€	1,00
fascicolo serie speciale, *concorsi*, prezzo unico	€	1,50
supplementi (ordinari e straordinari), ogni 16 pagine o frazione	€	1,00
fascicolo Conto Riassuntivo del Tesoro, prezzo unico	€	6,00

I.V.A. 4% a carico dell'Editore

PARTE I - 5ª SERIE SPECIALE - CONTRATTI PUBBLICI

*(di cui spese di spedizione € 129,11)**	- annuale	€ **302,47**
*(di cui spese di spedizione € 74,42)**	- semestrale	€ **166,36**

GAZZETTA UFFICIALE - PARTE II

*(di cui spese di spedizione € 40,05)**	- annuale	€ **86,72**
*(di cui spese di spedizione € 20,95)**	- semestrale	€ **55,46**

Prezzo di vendita di un fascicolo, ogni 16 pagine o frazione (oltre le spese di spedizione) € 1,01 (€ 0,83 + IVA)

Sulle pubblicazioni della 5° Serie Speciale e della Parte II viene imposta I.V.A. al 22%.
Si ricorda che, in applicazione della legge 190 del 23 dicembre 2014 articolo 1 comma 629, gli enti dello Stato ivi specificati sono tenuti a versare all'Istituto solo la quota imponibile relativa al canone di abbonamento sottoscritto. Per ulteriori informazioni contattare la casella di posta elettronica abbonamenti@gazzettaufficiale.it.

RACCOLTA UFFICIALE DEGLI ATTI NORMATIVI

Abbonamento annuo		€ **190,00**
Abbonamento annuo per regioni, province e comuni - SCONTO 5%		€ **180,50**
Volume separato (oltre le spese di spedizione)	€ 18,00	

I.V.A. 4% a carico dell'Editore

Per l'estero, i prezzi di vendita (in abbonamento ed a fascicoli separati) anche per le annate arretrate, compresi i fascicoli dei supplementi ordinari e straordinari, devono intendersi raddoppiati. Per il territorio nazionale, i prezzi di vendita dei fascicoli separati, compresi i supplementi ordinari e straordinari, relativi anche ad anni precedenti, devono intendersi raddoppiati. Per intere annate è raddoppiato il prezzo dell'abbonamento in corso. Le spese di spedizione relative alle richieste di invio per corrispondenza di singoli fascicoli vengono stabilite di volta in volta in base alle copie richieste. Eventuali fascicoli non recapitati potranno essere forniti gratuitamente entro 60 giorni dalla data di pubblicazione del fascicolo. Oltre tale periodo questi potranno essere forniti soltanto a pagamento.

N.B. - La spedizione dei fascicoli inizierà entro 15 giorni dall'attivazione da parte dell'Ufficio Abbonamenti Gazzetta Ufficiale.

RESTANO CONFERMATI GLI SCONTI COMMERCIALI APPLICATI AI SOLI COSTI DI ABBONAMENTO

* tariffe postali di cui alla Legge 27 febbraio 2004, n. 46 (G.U. n. 48/2004) per soggetti iscritti al R.O.C.